

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

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»
С.В. Медведевских
2017 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы азота Dumatec 8000
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 213-241-2017**

Екатеринбург

2017

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в декабре 2017 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

| | | |
|----------|---|----------|
| 1 | ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ..... | 4 |
| 2 | НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ..... | 4 |
| 3 | ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ..... | 4 |
| 4 | СРЕДСТВА ПОВЕРКИ..... | 5 |
| 5 | ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ..... | 5 |
| 6 | УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ..... | 5 |
| 7 | ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ..... | 5 |
| 8 | ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ..... | 6 |
| | 8.1 Внешний осмотр..... | 6 |
| | 8.2 Опробование..... | 6 |
| | 8.3 Проверка метрологических характеристик..... | 6 |
| 9 | ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ..... | 7 |
| | ПРИЛОЖЕНИЕ А..... | 8 |
| | ПРИЛОЖЕНИЕ Б..... | 9 |

| | |
|--|-----------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы азота Dumatec 8000 Методика поверки | МП 213-241-2017 |
|--|-----------------|

Дата введения в действие: декабрь 2017 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы азота Dumatec 8000 (далее – анализаторы) производства фирмы «FOSS Analytical A/S», Дания и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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 №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 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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 абсолютной погрешности результатов измерений массы азота | 8.3.1 | да | да |
| 3.2 Проверка диапазона измерений массы азота | 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:

- стандартный образец состава ЭДТА ГСО 9113-2008 (массовая доля азота 9,5 %, абс. погрешность $\pm 0,06$ %);

- весы лабораторные электронные *I* (специального) класса точности ГОСТ OIML R 76-1-2011.

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

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

5.1 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, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 18 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), %, не более | 80 |

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

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

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении анализатора или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные | Значение |
|-----------------------------------|-----------------|
| Идентификационное наименование ПО | Dumatec Manager |
| Номер версии ПО | - |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности результатов измерений массы азота провести с использованием проб ГСО, приготовленных согласно Приложению А.

Провести не менее 5 измерений массы азота в каждой пробе ГСО. Для каждой пробы ГСО рассчитать среднее арифметическое (\bar{X}_i), СКО (S_i) и абсолютную погрешность (Δ_i) по формулам:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ji} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$\Delta_i = \frac{\frac{tS_i}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_i - A_i| + |\Delta A_i|}{\left[\frac{S_i}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_i - A_i| + |\Delta A_i|}{\sqrt{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{(|\bar{X}_i - A_i| + |\Delta A_i|)^2}{3} + \frac{S_i^2}{n}}, \quad (3)$$

где X_{ij} – результат j -го измерения массы азота в i -ой пробе ГСО, мг;

A_i – значение массы азота в i -ой пробе ГСО, мг (по Приложению А);

ΔA_i - абсолютная погрешность значения массы азота в i -ой пробе ГСО (по Приложению А), мг;

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

n - число измерений.

Полученные значения абсолютной погрешности результатов измерений массы азота должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка диапазона измерений массы азота

Проверку диапазона измерений массы азота провести одновременно с определением абс. погрешности по 8.3.1 (провести измерения массы азота в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массы азота должны удовлетворять требованиям Таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

| Наименование характеристик | Значения характеристик |
|--|-------------------------------|
| Диапазон измерения массы азота, мг | от 0,06 до 50,00 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности результатов измерений массы азота, мг | $\pm (0,05+0,15 \cdot m_n)^*$ |
| *Примечание: m_n – масса азота в пробе, мг. | |

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

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

Разработчик:

Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Подготовка проб ГСО к проведению измерений

А.1. Для подготовки проб ГСО к измерениям массы азота используют:

- стандартный образец состава ЭДТА ГСО 9113-2008;
- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности.

А.2 Приготовить пробы на основе ГСО 9113-2008 путем взвешивания навески исходного ГСО согласно таблицы А.1.

Массу азота в пробе ($m_{азот}$) рассчитать по формуле

$$m_{азот} = \frac{m_{нав}}{100} \cdot W_{ГСО}, \quad (A.1)$$

где $m_{нав}$ - масса навески ГСО, мг;

$W_{ГСО}$ - массовая доля азота в ГСО, %.

Абсолютную погрешность расчетного значения массы азота в пробе определить по формуле

$$\Delta m_{азот} = \sqrt{\left(\frac{W_{ГСО}}{100}\right)^2 \cdot \Delta_{весов}^2 + \left(\frac{m_{нав}}{100}\right)^2 \cdot \Delta_{ГСО}^2}, \quad (A.2)$$

где $\Delta_{весов}$ - абсолютная погрешность весов, мг;

$\Delta_{ГСО}$ - абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли азота в ГСО, %.

Таблица А.1 - Расчетные значения массы азота в пробах и их абсолютные погрешности

| Аттестованное значение массовой доли азота в ГСО, % | Абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли азота в ГСО, % | Масса навески ГСО, мг | Расчетное значение массы азота в пробе ГСО, мг | Абсолютная погрешность расчетного значения массы азота в пробе, мг |
|---|---|-----------------------|--|--|
| 9,5 | ±0,06 | 1 | 0,095 | 0,03 |
| | | 100 | 9,5 | 0,07 |
| | | 500 | 47,5 | 0,30 |

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы азота Dumatec 8000 зав № _____

Документ на поверку: МП 213-241-2017 «ГСИ. Анализаторы азота Dumatec 8000. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массы азота

| Расчетное значение массы азота в навеске, мг | Результаты измерений массы азота на анализаторе, мг | Среднее арифметическое значение результатов измерений массы азота, мг | Абсолютная погрешность измерений массы азота, мг | Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массы азота, мг |
|--|---|---|--|---|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Таблица Б.2– Результаты проверки диапазона измерений массы азота

| Полученные значения диапазона измерений массы азота | Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-) |
|---|--|
| | |
| | |
| | |

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____