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



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

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

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

	Номер	Обязательность проведения		
Наименование операции	пункта	операций при		
	методики	первичной	периодиче-	
	поверки	поверке	ской 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 °C), %, 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 Приложения А.

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

$$\bar{X}_{i} = \frac{\sum X_{ij}}{n},\tag{1}$$

$$\overline{X}_{i} = \frac{\sum X_{ij}}{n},$$

$$S_{i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (X_{ji} - \overline{X}_{i})^{2}}{n-1}},$$
(1)

$$\Delta_{i} = \frac{\frac{tS_{i}}{\sqrt{n}} + \left|\overline{X}_{i} - A_{i}\right| + \left|\Delta A_{i}\right|}{\left[\frac{S_{i}}{\sqrt{n}} + \frac{\left|\overline{X}_{i} - A_{i}\right| + \left|\Delta A_{i}\right|}{\sqrt{3}}\right]} \cdot \sqrt{\frac{\left(\left|\overline{X}_{i} - A_{i}\right| + \left|\Delta A_{i}\right|\right)^{2}}{3} + \frac{S_{i}^{2}}{n}},$$
(3)

где X_{y} – результат j-го измерения массы азота в i-ой пробе $\Gamma \mathrm{CO},$ мг;

 A_{i} –значение массы азота в i-ой пробе ГСО, мг (по Приложению A);

- ΔA_i абсолютная погрешность значения массы азота в i-ой пробе ГСО (по Приложению A), мг;
- t коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n, равен 2,78 для n=5 P=0,95;

п - 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	$\pm (0.05+0.15 \cdot m_{H})^{*}$
*Примечание: m _н – 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_{asom}) рассчитать по формуле

$$m_{asom} = \frac{m_{Hag}}{100} \cdot W_{\Gamma CO}, \tag{A.1}$$

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

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

Абсолютную погрешность расчетного значения массы азота в пробе определить по формуле

$$\Delta m_{a3om} = \sqrt{\left(\frac{W_{\Gamma CO}}{100}\right)^2 \cdot \Delta_{secos}^2 + \left(\frac{m_{Has}}{100}\right)^2 \cdot \Delta_{\Gamma CO}^2} , \qquad (A.2)$$

где Δ_{secos} - абсолютная погрешность весов, мг;

 $\Delta_{\it \Gamma CO}$ - 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 по- грешность расчет- ного значения мас- сы азота в пробе, мг
		1	0,095	0,03
9,5	±0,06	100	9,5	0,07
		500	47,5	0,30

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

	№ ΠΡΟΕ	ЕДЕ	ния поверкі	И	
Анализаторы аз	вота Dumatec 8000	зав №			
Документ на п	оверку: МП 213-24	41-2017 «ГСИ. Анал	изат	оры азота Dum	natec 8000. Методика
поверки».					
Информация с	об использованны	іх средствах поверк	и:		
Условия прове	едения поверки:				
- температура о	кружающего возду	yxa, °C			
- относительная	я влажность воздух	(a, %	ž.		
Результаты вне	шнего осмотра				
	рологических хар				
Таблица Б.1 – Р	езультаты проверы	ки абсолютной погре	шнос	сти измерений м	массы азота
Расчетное значение мас- сы азота в навеске, мг	Результаты из- мерений массы азота на анали- заторе, мг	Среднее арифметическое значение результатов измерений массы азота, мг	Абсолютная по- грешность изме- рений массы азо- та, мг		Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массы азота, мг
				an e	
Таблица Б.2- Ре	езультаты проверк	и диапазона измерен	ий м	ассы азота	
Полученные значения диапазона измерений массы азота Соответствие требов Да (+) / Нет (-)				•	
	The Table 1 and the same	· San a securi supra ca			
		рки:		•:	1
		верке (извещение о			
		г, №			
Поверит	ель	ente aconocio			
		подпись	(Ф.І	I.O.)	
Организа	ация, проводившая	поверку			