

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С. В. Медведевских

2018 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы термогравиметрические TGM800

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 96-241-2018

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в ноябре 2018 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	6
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	12

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы термогравиметрические TGM800. Методика поверки	МП 96-241-2018
---	-----------------------

Дата введения в действие: ноябрь 2018 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термогравиметрические TGM800 (далее - анализаторы) производства фирмы «LECO Corporation» (США) 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 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 8.630–2013 Государственная поверочная схема для средств измерений содержания влаги в твердых веществах и материалах

ГОСТ OIML R 111-1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E(1), E(2), F(1), F(2), M(1), M(1-2), M(2), M(2-3) и M(3). Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 4417–75 Песок кварцевый для сварочных материалов

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия.

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 измерений массы пробы	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массы пробы и массовой доли влаги	8.3.3	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:

- рабочие эталоны 1-го разряда по ГОСТ 8.630–2013 – измерительные установки содержания влаги в твердых веществах и материалах;

- стандартный образец состава зерна и зернопродуктов ГСО 9734-2010 (в интервале значений от 7,0% до 18,0% абсолютная погрешность $\pm 0,2$ %, в интервале св. 18,0 % до 25,0 % абсолютная погрешность $\pm 0,3$ %);

- стандартный образец состава молока сухого ГСО 9563-2010 (массовая доля влаги от 2% до 5%, абсолютная погрешность $\pm 0,15$ %);

- стандартный образец состава цеолита СО сSmartCal ГСО 10847-2016 (массовая доля влаги от 3,3 до 11,6 %, отн. погрешность $\pm(0,1-0,2)$ %);

- набор гирь (1 мг – 200 г) F₁ по ГОСТ OIML R 111-1-2009.

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

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 18 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).

Кварцевый песок по ГОСТ 4417 просеять через сито с диаметром отверстий (1-1,5) мм и отмыть питьевой водой, прилить соляную кислоту (1:1) столько, чтобы покрыть песок полностью и дать отстояться в течение 10 часов, слить соляную кислоту и промыть дистиллированной водой, высушить и прокалить. Подготовленный песок хранить в плотно закрытой банке.

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 процедуру проверки системы в соответствии с РЭ. Провести градуировку весов анализатора в соответствии с разделом РЭ «Калибровка аппаратуры».

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализаторов путем вывода на экран номера версии. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Cornerstone™
Номер версии ПО	не ниже 2.7.2
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы

Проверку абсолютной погрешности измерений массы пробы провести с помощью нагружения и разгружения анализатора гирями, равномерно распределенными во всем диапазоне измерений массы образцов. Номинальные значения массы гирь следующие: 0,002, 0,5, 1, 5, 10 г. Измерение массы проводится в следующей последовательности:

- а) поместить гирю (гири) в чашечку, установленную на карусель в печи;
- б) при прохождении чашечки над пьедесталом весов карусель опускается и устанавливает чашечку с гирей (гирями) на весы, при этом автоматически происходит измерение массы;
- в) считать показания массы гири (гирь) с компьютера;
- г) убрать гирю (гири) из чашечки;
- д) выполнить операции в последовательности с а) по г) для следующих нагрузок.

Погрешность взвешивания при каждом j -ом измерении (Δ_j) определить по формуле

$$\Delta_j = L_j - m_j, \quad (1)$$

где L_j - j -ое показание массы гири (гирь) с компьютера, г;

m_j - номинальное значение массы гирь, помещаемых на пьедестал весов, г;

j - порядковый номер измерения ($j=1, 2, \dots, 5$).

За абсолютную погрешность измерения массы пробы принять $\Delta = \max|\Delta_j|$,

где Δ_j – погрешность взвешивания j -ого измерения, г.

Полученное значение абсолютной погрешности измерений массы пробы должно удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги провести одним из следующих методов.

8.3.2.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги с использованием рабочих проб и рабочего эталона 1-го разряда по ГОСТ 8.630–2013

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги провести с использованием рабочих проб, в которых значения массовой доли влаги определены на рабочем эталоне 1-го разряда по ГОСТ 8.630–2013 (далее - эталон). Значения массовой доли влаги в рабочих пробах должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Провести не менее пяти измерений массовой доли влаги каждой рабочей пробы. Для каждой рабочей пробы рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и абсолютную погрешность (Δ_j) измерений массовой доли влаги по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (2)$$

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\Delta_j = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\left(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j| \right)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}}, \quad (4)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли влаги j -ой рабочей пробы, %;

A_j и ΔA_j – значения массовой доли влаги j -ой рабочей пробы, измеренные на эталоне, и их погрешность соответственно, %;

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

n – количество измерений.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги с использованием кварцевого песка и дистиллированной воды

8.3.2.2.1 В соответствии с РЭ установить температуру сушки 150 °С. Выбрать в меню ПО пункт «Анализ», крышка анализатора автоматически открывается. Появляется экран загрузки. Позиции на карусели, выделенные синим цветом, показывают, где должны быть установлены пустые чашечки из фольги. Пустые чашечки из фольги установить на карусель. В меню ПО выбрать «Анализ», крышка анализатора закрывается, пустые тигли взвешиваются.

После открытия камеры в чашечку из фольги насыпать кварцевый песок в количестве $(1 \pm 0,1)$ г, ориентируясь по показаниям программного обеспечения на экране компьютера. Песок равномерно распределить по всей поверхности чашки, зафиксировать точное значение его массы CB_n (масса сухого песка до сушки). Долить в песок с помощью шприца или пипетки дистиллированную воду, равномерно распределяя ее по поверхности песка, доводя общую массу смеси до 2 г, не более. Зафиксировать точное значение массы кварцевого песка, смоченного водой $ИВ$ (исходная масса влажного песка). В соответствии с РЭ запустить процесс сушки. По завершению анализа раздается звуковой сигнал.

Считать с дисплея результат измерения влажности в образце $МС_{изм}$.

Примечания:

1. Измерения массы влажного песка следует производить максимально быстро, чтобы не произошло испарения влаги до начала процесса сушки из-за разности температур в сушильной камере и окружающего воздуха, что приведет к ошибочным результатам.

2. Каждое измерение необходимо проводить с чистой чашкой комнатной температуры, после каждого измерения обязательно делать перерывы в работе прибора для достижения в камере сушки комнатной температуры.

3. При необходимости операции по отдельным пунктам допускается повторять.

8.3.2.2.2 Провести операции по пункту 8.3.2.2.1, используя оставшиеся соотношения кварцевого песка и кварцевого песка с водой по таблице 3.

Таблица 3 – Соотношения воды и кварцевого песка с водой для проверки абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги (влажности)

Масса кварцевого песка	Масса кварцевого песка с водой
$(1,0 \pm 0,1)$ г	$(2,0 \pm 0,1)$ г
$(2,0 \pm 0,1)$ г	$(3,0 \pm 0,1)$ г
$(4,0 \pm 0,1)$ г	$(5,0 \pm 0,1)$ г
$(9,0 \pm 0,1)$ г	$(10,0 \pm 0,1)$ г

8.3.2.2.3 Рассчитать значения массовой доли влаги $МС_{расч}$, %, по формуле

$$МС_{расч} = \frac{(ИВ - CB_n)}{ИВ} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где $ИВ$ – исходная (начальная) масса влажного кварцевого песка, г,

CB_n – масса кварцевого песка до сушки, г.

Абсолютную погрешность измерения массовой доли влаги Δ определяют по формуле

$$\Delta = МС_{изм} - МС_{расч}, \quad (6)$$

где $МС_{изм}$ – значение массовой доли влаги, измеренное анализатором, %;

$МС_{расч}$ – расчетное значение массовой доли влаги, %, рассчитанное по формуле (5).

Абсолютная погрешность измерения массовой доли влаги при каждом i -ом измерении должна удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2.3 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги с использованием стандартных образцов утвержденного типа

Проверку провести с использованием стандартных образцов утвержденного типа. Провести измерения массовой доли влаги каждого ГСО не менее трех раз.

Рассчитать абсолютную погрешность массовой доли влаги (Δ_i) по формуле

$$\Delta_i = X_i - A_i, \quad (5)$$

где X_i - i -ое значение массовой доли влаги, измеренное анализатором, %;

A_i - аттестованное значение массовой доли влаги в ГСО, %.

Абсолютная погрешность измерения массовой доли влаги при каждом i -ом измерении должна удовлетворять требованиям таблицы 4.

Примечание:

Для проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги в точках 0, 50 и 100 % допускается проводить с помощью гири массой 5 г и дистиллированной воды:

- сушка гири будет соответствовать значению массовой доли влаги 0 %;
- сушка гири массой 5 г и воды дистиллированной массой 5 г будет соответствовать значению массовой доли влаги 50 %;
- сушка воды дистиллированной будет соответствовать значению массовой доли влаги 100 %.

8.3.3 Проверка диапазонов измерений массы пробы и массовой доли влаги

Проверку диапазонов измерений массы пробы и массовой доли влаги провести одновременно с определением абсолютной погрешности по 8.3.1-8.3.2 (провести измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений массы пробы и массовой доли влаги должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений массы пробы, г	от 0,002 до 10
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения изменения массы, г	$\pm 0,002$
Диапазон измерений массовой доли влаги, %	от 0,5 до 99,99
Пределы допускаемой абсолютной измерений массовой доли влаги %:	
- в диапазоне массовых долей от 0,5 до 10 % включ.	$\pm 0,5$
- в диапазоне массовых долей св. 10 до 99,99 % включ.	$\pm 1,5$

8.3.4 Если анализатор используется не во всем диапазоне измерений массовой доли влаги, допускается периодическую поверку проводить в одном из указанных в таблице 3 диапазоне измерений с указанием этого диапазона в свидетельстве о поверке.

9 Оформление результатов поверки

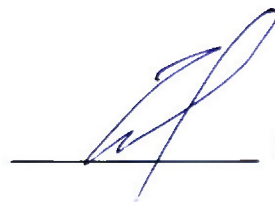
9.1 Оформить протокол проведения поверки по форме Приложения А.

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, аннулируют свидетельство о поверке 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

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор термогравиметрический TGM800, зав. № _____

Документ на поверку: МП 96-241-2018 «ГСИ. Анализаторы термогравиметрические TGM800. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____
- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массы пробы

Номинальное значение массы гири, г	Результаты измерений пробы на анализаторе, г	Абсолютная погрешность измерений массы пробы, г	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массы пробы, г

Таблица А.2 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги

Массовая доля влаги, измеренная на рабочем эталоне, %	Результаты измерений массовой доли влаги на анализаторе, %	Абсолютная погрешность измерений массовой доли влаги, %	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, %

Таблица А.3 – Результаты проверки диапазонов измерений массы пробы и массовой доли влаги

Характеристика	Полученный значения диапазона измерений	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Масса пробы, г		
Массовая доля влаги, %		

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____
подпись (Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____