

**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

Комплексы весовые термогравиметрические ргераSH серии 340

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 60-241-2018

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	6
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	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Комплексы весовые термогравиметрические ргерASH серии 340. Методика поверки	МП 60-241-2018
--	-----------------------

Дата введения в действие: октябрь 2018 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на комплексы весовые термогравиметрические ргерASH серии 340 (далее - комплексы) производства фирмы «Precisa Gravimetrics AG», Швейцария и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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

ГОСТ 8.630–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания влаги в твердых веществах и материалах

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. 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 измерений массы пробы	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, зольности и летучих веществ	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги, зольности и летучих веществ	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, комплекс бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- СО состава угля ГСО 10821-2016/10824-2016 (массовая доля золы от 5 до 14 %, отн. погрешность $\pm 0,17$ %);
- СО моногидрата оксалата кальция ГСО 10169-2012 (потеря массы при прокаливании в диапазоне от 11 % до 30 %, абс. погрешность $\pm 0,25$ %);
- СО состава угля и кокса ГСО 10876-2017 (выход летучих веществ 18,4 %, абс. погрешность $\pm 0,3$ %);
- СО состава угля и кокса ГСО 10877-2017 (выход летучих веществ 33,5 %, абс. погрешность $\pm 1,7$ %);
- СО состава угля и кокса ГСО 10878-2017 (выход летучих веществ 5,0 %, абс. погрешность $\pm 0,4$ %);
- рабочие эталоны 1-го разряда по ГОСТ 8.630–2013 – измерительные установки содержания влаги в твердых веществах и материалах.
- 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 комплексом.

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 Комплексы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

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

7.2 Приготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

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

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить комплекс и проверить, что он проходит режим самодиагностики.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО комплекса. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для	
	встроенного ПО	внешнего ПО
Идентификационное наименование ПО	prepASH	prepDATA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-	-
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 пьедестала весов гирями, равномерно распределенными во всем диапазоне измерений массы образцов. Номинальные значения массы гирь следующие: 0,5, 1, 50, 120 г. Измерение массы проводится в следующей последовательности:

- а) поместить гирю (гири) в керамический тигель, установленный на карусель в печи;
- б) при прохождении тигля над пьедесталом весов карусель опускается и устанавливает тигель с гирей (гирями) на весы, при этом автоматически происходит измерение веса;
- в) считать показания массы гири (гирь) с компьютера;
- г) убрать гирю (гири) из тигля;
- 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 ($j=1, 2, \dots, 10$).

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

где Δ_j – погрешность взвешивания j -ого измерения.

Полученное значение абсолютной погрешности измерений массы пробы должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, летучих веществ и зольности

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги провести с помощью рабочих проб, в которых значения массовой доли влаги определены на рабочем эталоне

1-го разряда по ГОСТ 8.630–2013. Значения массовой доли влаги должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли летучих веществ и зольности провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики.

Произвести не менее пяти измерений массовой доли влаги, летучих веществ и зольности в соответствии с РЭ каждого ГСО (рабочей пробы). Для каждого ГСО (рабочей пробы) рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и абсолютную погрешность (Δ_j) измерений массовой доли влаги, летучих веществ и зольности 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, летучих веществ или зольности в j -ом ГСО (рабочей пробы), %;

A_j и ΔA_j – аттестованные значения массовой доли влаги, летучих веществ или зольности в j -ом ГСО (рабочей пробы) 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, летучих веществ и зольности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги, летучих веществ и зольности

Проверку диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги, летучих веществ и зольности 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, массовой доли влаги, летучих компонентов и зольности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики комплексов

Характеристика	Значение для модификации		
	prepASH229	prepASH219	prepASH212
Диапазон измерения массы пробы, г	от 0,5 до 120		
Дискретность измерения массы пробы, г	0,0001		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы пробы, г, в диапазонах: - от 0,01 до 50 г включ. - св. 50 г	±0,5 ±1		
Диапазон измерений массовой доли влаги, %	от 2 до 60		
Диапазон измерений массовой доли зольности, %	от 2 до 20		
Диапазон измерений массовой доли летучих веществ, %	от 2 до 40		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли, %, в диапазоне от 2 до 10 % включ: - влаги - летучих веществ - зольности	±0,2 ±1,0 ±0,5		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли, %, в диапазоне св. 10 до 60 % включ: - влаги - летучих веществ - зольности	±0,5 ±5,0 ±1,0		

8.3.4 Если комплекс используется для измерения не всех компонентов, допускается периодическую поверку по заявке заказчика проводить по одному или двум компонентам (влаги, летучих веществ или зольности) с указанием этих компонентов в свидетельстве о поверке. В этом случае проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов провести только для используемых компонентов.

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 комплекс 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»

A handwritten signature in blue ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke at the bottom, positioned above a solid horizontal line.

Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Комплекс весовой термогравиметрический модель _____, зав. № _____

Документ на поверку: МП 60-241-2018 «ГСИ. Комплексы весовые термогравиметрические prepASH серии 340. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- 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 массы комплексом, г	Абсолютная погрешность измерений массы пробы, г	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массы пробы, г
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				

Таблица А.2 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, зольности и летучих веществ

Значение массовой доли компонента в ГСО или измеренное эталоном, %	Результаты измерений массовой доли компонента комплексом, %	Абсолютная погрешность измерений массовой доли компонента, %	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массовой доли компонента, %

Таблица А.3 – Результаты проверки диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги, зольности и летучих компонентов

Компонент	Полученные значения диапазона измерений	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Масса пробы, г		
Массовая доля влаги, %		
Массовая доля золы (зольность), %		
Массовая доля летучих веществ, %		

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____
подпись (Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____