

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

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФГУП «УНИИМ»**

  
С.В. Мельниковых  
" 07 " 2019 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Анализаторы термогравиметрические TGA801**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 37-241-2019**

**Екатеринбург**

**2019**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в мае 2019 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....</b>	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ .....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование.....	7
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>9</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А .....</b>	<b>11</b>

<b>Государственная система обеспечения единства измерений</b> <b>Анализаторы термогравиметрические TGA801</b> <b>Методика поверки</b>	<b>МП 37-241-2019</b>
---	-----------------------

Дата введения в действие: май 2019 г

## **1 Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термогравиметрические TGA801 (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 № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» с изменением, утвержденным приказом Минпромторга № 5329 от 28.12.2018

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 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 55661-2013 Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности.

## **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 СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей относительной погрешности в режиме измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности	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;
- набор гирь (1 мг – 200 г) F<sub>1</sub> по ГОСТ OIML R 111-1-2009;
- стандартный образец состава зерна и зернопродуктов ГСО 9734-2010 (массовая доля влаги в интервале значений от 7,0 % до 18,0 % абсолютная погрешность ± 0,2 %, массовая доля влаги в интервале св. 18,0 % до 25,0 % абсолютная погрешность ± 0,3 %);
- стандартный образец состава молока сухого ГСО 9563-2010 (массовая доля влаги от 2 % до 5 %, абсолютная погрешность ±0,15 %);
- СО состава угля ГСО 10821-2016/10824-2016 (массовая доля золы от 5 % до 14 %, отн. погрешность ±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  $\pm 0,4$  %);

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

- пробы угля, проанализированные по методике определения зольности угля методом озоления по ГОСТ Р 55661-2013.

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**

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

## **8 Проведение поверки**

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;

- четкость обозначений и маркировки.

## 8.2 Опробование

8.2.1 Включить анализатор и запустить процедуру проверки системы в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при обращении к соответствующему пункту меню. 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: 0,002, 0,5, 1, 5, 10 г. Измерение массы проводится в следующей последовательности:

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

Погрешность взвешивания при каждом  $j$ -ом измерении ( $\Delta_j$ ) определить по формуле

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

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

$m_j$  - номинальное значение массы  $j$ -ой гири, помещаемой на пьедестал весов, г;

$j$ - порядковый номер измерения ( $j=1, 2, \dots, 10$ ).

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

где  $\Delta_j$  – погрешность взвешивания при каждом  $j$ -ом измерении.

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

8.3.2 Проверка СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей относительной погрешности в режиме измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности

8.3.2.1 Проверку СКО случайной составляющей абсолютной погрешности измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности провести в диапазоне от 0,01 до 10 % вкл.

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности провести в диапазоне св. 10 до 99,99 %.

8.3.2.2 Проверку СКО случайной составляющей абсолютной (относительной) погрешности измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности провести с помощью ГСО и рабочих проб, указанных разделе 4.

Примечание: проверку массовой доли влажности в точке 99,99 % провести с использованием в качестве пробы дистиллированной воды.

Провести не менее 5 измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности в каждом ГСО (пробе). Для каждого ГСО (пробы) рассчитать среднее арифметическое  $\bar{X}_i$ , СКО ( $S_i$ ) или отн. СКО ( $S_{0i}$ ) по формулам:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum X_{ij}}{n}, \quad (2)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$S_{0i} = \frac{100}{A_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (4)$$

где  $X_{ij}$  – результат  $j$ -го измерения массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности в  $i$ -ом ГСО (пробе), %;

$A_i$  – аттестованное значение массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности в  $i$ -ом ГСО (или в пробе), %;

$n$  – число измерений.

Полученные значения СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и СКО случайной составляющей относительной погрешности в режиме измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.



8.3.3 Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности

Проверку диапазонов измерений массы пробы, массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности провести одновременно с проверкой абсолютной погрешности измерений массы пробы по 8.3.1 и СКО случайной составляющей абсолютной (относительной) погрешности по 8.3.2 (провести измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений массы пробы, массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений массы пробы, г	от 0,002 до 10
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы пробы, г	$\pm 0,002$
Диапазон измерений массовой доли летучих компонентов, влажности, потери массы при прокаливании и зольности, %	от 0,01 до 99,99
Предел допускаемого СКО случайной составляющей абсолютной погрешности в режиме измерений влажности и зольности, %: - в диапазоне массовых долей от 0,01 до 10 % включ.	0,07
Предел допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности в режиме измерений влажности и зольности, %: - в диапазоне массовых долей св. 10 до 99,99 %	0,7
Предел допускаемого СКО случайной составляющей абсолютной погрешности в режиме измерений массовой доли летучих компонентов и потери массы при прокаливании, %: - в диапазоне массовых долей от 0,01 до 10 % включ.	0,1
Предел допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности в режиме измерений массовой доли летучих компонентов и потери массы при прокаливании, %: - в диапазоне массовых долей св. 10 до 99,99 %	1

8.3.4 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и/или меньшего числа поддиапазонов измерений.

## 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 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 TGA801, зав. № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 37-241-2019 «ГСИ. Анализаторы термогравиметрические TGA801. 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 СКО случайной составляющей абсолютной погрешности в режиме измерений влажности, зольности и массовой доли летучих компонентов в диапазоне массовых долей от 0,01 до 10 %

Наименование измеряемого параметра	Аттестованное значение параметра, %	Результаты измерений параметра, %	СКО случайной составляющей абсолютной погрешности, %	Нормируемые значения СКО случайной составляющей абсолютной погрешности, %

Таблица А.3 – Результаты проверки СКО случайной составляющей относительной погрешности в режиме измерений влажности, зольности и массовой доли летучих компонентов в диапазоне массовых долей св. 10 до 99,99 %

Наименование измеряемого параметра	Аттестованное значение параметра, %	Результаты измерений параметра, %	СКО случайной составляющей относительной погрешности, %	Нормируемые значения СКО случайной составляющей относительной погрешности, %

Таблица А.4 – Результаты проверки диапазонов измерений массы пробы, влажности, зольности и массовой доли летучих компонентов

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

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
 подпись (Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г., № \_\_\_\_\_

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_