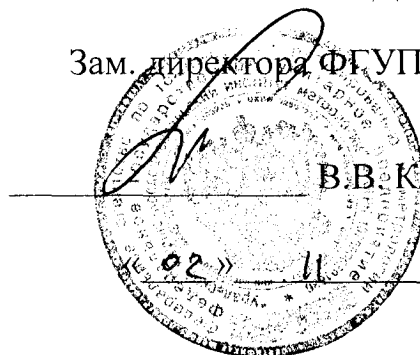


**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ФГУП «УНИИМ»



В.В. Казанцев

2011 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы термогравиметрические Thermostep

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 35-241-2011

Екатеринбург

2011

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «УНИИМ»

2 ОФОРМЛЕНА ФГУП «УНИИМ»

3 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О..

4 ПРИНЯТА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ

Утверждена ФГУП «УНИИМ» в ноябрь 2011 г.

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы термогравиметрические Thermostep. Методика поверки	МП 35-241-2011
---	-----------------------

Дата введения в действие: ноябрь 2011 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термогравиметрические Thermostep (далее – анализаторы), производства фирмы «Eltra GmbH» (Германия) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

ГОСТ 8.207–76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 11022-95 Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности

3 Операции поверки

При поверке анализатора должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка абсолютного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне от 0,5 до 10 % вкл.	8.3.1	да	да

продолжение таблицы 1

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
3.2 Проверка относительного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне св. 10 до 100 % вкл.	8.3.2	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений массы	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги и зольности	8.3.4	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны применяться следующие средства:

- ГЭТ 173-2008 Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах; диапазон измерений массовой доли влаги от 0,5 до 80 %; относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений $S_0 = (0,6 - 0,01) \%$; неисключенная относительная систематическая погрешность (при $P=0,99$) $\theta_0 = (1,5 - 0,04) \%$ (далее – ГЭТ 173-2008);

- Стандартный образец состава угля каменного марки Д (СО-23) ГСО 8437-2003 (аттестованное значение зольности 3,80 %, абсолютная погрешность аттестованного значения 0,08 %);

- рабочие пробы угля, проанализированные по ГОСТ 11022;

- весы лабораторные электронные *I* (специального) класса точности;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2 Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, установленные ГОСТ 12.1.019 и эксплуатационной документацией на анализатор.

6 Условия проведения поверки

5.1 При проведении поверки должны выполняться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 3

- относительная влажность воздуха (при $t = 20 \text{ °C}$), %, не более 80.

7 Подготовка к поверке

7.1 В рабочих пробах определяют массовую долю влаги с помощью ГЭТ 173-2008 и массовую долю золы (зольность) по ГОСТ 11022.

7.2 Анализатор подготавливают к выполнению измерений в соответствии с Руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должны быть установлены:

- соответствие комплектности анализатора (за исключением запасных и других частей, не влияющих на метрологические характеристики);
- отсутствие каких-либо внешних дефектов, препятствующих его нормальной работе;
- четкость обозначений и маркировки.

При установлении дефектности, препятствующей нормальному использованию анализатора, его бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

8.2 Опробование

8.2.1 Включают в соответствие с РЭ программное обеспечение (далее - ПО) и ожидают завершения процедуры самотестирования анализатора.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализаторов путем вывода на экран номера версии. Первые три цифры в номере версии ПО анализатора должны соответствовать приведенным в таблице 2. Цифровой идентификатор ПО проверить с помощью программы md5 путем запуска исполнительного файла ПО с помощью программы md5 (программа md5 находится в свободном доступе на сайте <http://www.md5summer.org>). Цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Tga	Tga	1.4.1.6	c0b346b8b70aff0 bf796e222e89265c	md5

8.3 Проверка метрологических характеристик

Проверка абсолютного СКО результатов измерений массовой доли влаги в диапазоне измерений от 0,5 до 10 % вкл и относительного СКО в диапазоне св. 10 до 100 % вкл. производится с помощью рабочих проб с различной массовой долей влаги (значения массовой доли влаги в точках 0,5-1 %, 30 – 50 %, 70-80 %). Массовую долю влаги в рабочих пробах предварительно определяют с

помощью ГЭТ 173-2008. Значение массовой доли влаги на верхней границе диапазона измерений (массовая доля влаги 100 %) проверяют с помощью дистиллированной воды.

Проверка абсолютного СКО результатов измерений массовой доли золы (зольности) в диапазоне измерений от 0,5 до 10 % вкл и относительного СКО в диапазоне св. 10 до 100 % вкл. производится с использованием ГСО 8437-2003 и не менее двух рабочих проб с различной зольностью (в середине и конце диапазона), проанализированных по методике определения зольности методом озоления по ГОСТ 11022. Погрешность измерения зольности по ГОСТ 11022 составляет 0,25 % абс. в диапазоне измерений зольности до 10 % вкл. и 2,2 % отн. в диапазоне измерений зольности свыше 10 %.

8.3.1 Проверка абсолютного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне измерений от 0,5 до 10 % вкл.

Провести не менее 5 измерений массовой доли влаги или зольности в каждой пробе. Для каждой пробы рассчитывают среднее арифметическое \bar{X}_i и абсолютное СКО (S_i) по формулам:

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

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

где X_{ij} - результат j -го измерения массовой доли влаги или зольности в i -ой пробе, %;

A_i - аттестованное значение массовой доли влаги (измеренное на ГЭТ 173-2008) или зольности (полученное по ГОСТ 11022) в i -ой пробе, %;

n - число измерений.

Полученные значения абсолютного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне от 0,5 до 10 % вкл. должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка относительного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне измерений св. 10 до 100 % вкл.

Провести не менее 5 измерений массовой доли влаги или зольности в каждой пробе. Для каждой пробы рассчитывают среднее арифметическое \bar{X}_i по формуле (1) и относительное СКО (S_{0i}) по формуле

$$S_{0i} = \frac{100}{A_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где X_{ij} - результат j -го измерения массовой доли влаги (измеренное на ГЭТ 173-2008) или зольности (полученное по ГОСТ 11022) в i -ой пробе, %;

A_i - аттестованное значение массовой доли влаги (измеренное на ГЭТ 173-2008) или зольности (полученное по ГОСТ 11022) в i -ой пробе, %;

n – число измерений.

Полученные значения относительного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне св. 10 до 100 % вкл. должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы

8.3.3.1 Проверка погрешности измерений массы пробы определить при нагружении и разгрузке весового устройства гирями, равномерно распределенными во всем диапазоне измерения массы. Номинальные значения массы гирь: 1, 5, 20, 100 мг и 1; 5 г. Измерения проводят в следующей последовательности:

а) снять тигель для проб и установить нулевые показания массы, используя программное обеспечение анализатора;

б) поместить гирю (гири) в центр взвешивающего устройства;

в) считать показания массы гири (гирь) с экрана персонального компьютера после их установления;

г) снять гирю (гири) с весового устройства, дождаться успокоения показаний;

д) выполнить операции в последовательности с а) по г) для остальных нагрузок.

Абсолютную погрешность измерения массы пробы при каждом i -ом измерении (Δ_i) определить по формуле

$$\Delta_i = L_i - m_i, \quad (4)$$

где L_i - i -ое показание массы гири (гирь) с табло влагомера, г;

m_i - действительное значение массы гирь, помещаемых на чашку весов, г;

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

Абсолютная погрешность измерения массы пробы при каждом i -ом измерении должна находиться в пределах допустимой погрешности в интервалах взвешивания, указанных в таблице 3.

8.3.4 Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги и зольности

Проверку диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги и зольности провести одновременно с определением СКО по 4.3.1 – 4.3.3.

За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массы пробы, массовой доли влаги и зольности, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений массовой доли влаги и зольности, %	от 0,1 до 100
Предел допускаемого абсолютного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне измерений от 0,5 до 10 % вкл., %	0,07
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли влаги и зольности в диапазоне измерений св. 10 до 100 % вкл., %	0,7
Диапазон измерений массы пробы, г	от 0,001 до 5,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массы, г	$\pm 0,0002$

9 Оформление результатов поверки

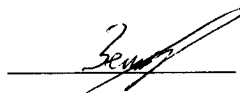
9.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие анализатора предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола приведена в Приложении А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают негодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчик:

Инженер I кат. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор термогравиметрический Thermostep, зав № _____

Документ на поверку: «ГСИ. Анализаторы термогравиметрические Thermostep. Методика поверки. МП 35-241-2011».

Информация об использованных средствах поверки _____

Условия проведения поверки:

температура окружающего воздуха, °С _____ относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Результаты проверки метрологических характеристик

Таблица 1 – Проверка абсолютного СКО результатов измерений массовой доли влаги

Значение массовой доли влаги, измеренное на ГЭТ 173-2008, %	Результаты измерений массовой доли влаги на анализаторе, %	Абсолютное СКО результатов измерений массовой доли влаги, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица 2 – Проверка относительного СКО результатов измерений массовой доли влаги в точке 100 % по дистиллированной воде

Результаты измерений массовой доли влаги на анализаторе, %	Относительное СКО результатов измерения массовой доли влаги, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица 4 – Проверка абсолютного СКО результатов измерений массовой доли золы (зольности)

Значение зольности, полученное по ГОСТ 11022, %	Результаты измерений зольности на анализаторе, %	Абсолютное СКО результатов измерений зольности, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица 5 – Проверка относительного СКО результатов измерений массовой доли золы (зольности) по ГСО 8437-2003

Аттестованное значение зольности в ГСО 8437-2003, %	Результаты измерений зольности на анализаторе, %	Относительное СКО результатов измерений зольности, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
3,80			

Таблица 6 – Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы

Масса гири, г	Результаты измерений массы на анализаторе, г	Абсолютная погрешность измерения массы, г	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица 7 – Проверка диапазонов измерений массы пробы, массовой доли влаги и зольности

Наименование характеристики	Полученные значения диапазона измерений характеристики, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Масса пробы		
Массовая доля влаги		
Массовая доля золы (зольности)		

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) от «___» _____ 20__ г.,

№ _____

Поверитель _____
(Ф.И.О.) _____ подпись

Организация, проводившая поверку _____