

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «УРАЛЬСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП «УНИИМ»)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских
2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**АНАЛИЗАТОРЫ КАЛИЯ ХЛОРИСТОГО
В МИНЕРАЛЬНЫХ СОЛЯХ RGI LAVKAM**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 119-223-2013

(с изменением № 1)

ЕКАТЕРИНБУРГ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

ФГУП “Уральский научно-исследовательский институт метрологии”
(ФГУП “УНИИМ”)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Собина А.В., Кузнецова М.Ф. (ФГУП «УНИИМ»)

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

Лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации
стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП “УНИИМ” «_____» _____ 2019 г.

Изменение № 1 утверждено ФГУП «УНИИМ» _____ 2019 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ» _____ 2013 г.

3 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

2013 г.

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Операции поверки.....	1
4 Средства поверки	2
5 Требования безопасности.....	3
6 Условия поверки и подготовка к ней.....	3
7 Проведение поверки	3
8 Оформление результатов поверки.....	7
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола поверки	8

Государственная система обеспечения единства измерений
АНАЛИЗАТОРЫ КАЛИЯ ХЛОРИСТОГО
В МИНЕРАЛЬНЫХ СОЛЯХ RGI LABKAM
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Дата введения 2019- -

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на анализаторы калия хлористого в минеральных солях RGI LABKAM (далее по тексту – анализаторы), предназначенные для измерения массовой доли калия хлористого в минеральных солях.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализаторов.

Интервал между поверками – 1 год.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 "О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

Приказ Минтруда России № 328 от 24.07.2013 г. «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки анализатора выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов по одному из пунктов таблицы 1 поверка прекращается, анализатор бракуется.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Опробование	7.4	Да	Да

Окончание таблицы 1

1	2	3	4
5 Определение метрологических характеристик	7.5	Да	Да
5.2 Определение среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей абсолютной погрешности и абсолютной погрешности (при отсутствии нормативного документа, регламентирующего методику измерений)	7.5.2	Да	Да
5.3 Определение абсолютной погрешности (при наличии нормативного документа, регламентирующего методику измерений)	7.5.3	Да	Да

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.3 Периодическую поверку анализаторов, предназначенных для измерений нескольких величин, но используемых для измерений меньшего числа величин, допускается проводить для меньшего числа величин на основании письменного заявления владельца средства измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

4 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

4.1.1 ГСО 8234-2003 – стандартный образец (СО) состава калия хлористого флотационного марки «мелкий» (комплект 1β) С. 1β-1: массовая доля хлористого калия 93,62 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,14$ %; 1β-2: массовая доля хлористого калия 96,26 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,16$ %; 1β-3: массовая доля хлористого калия 97,63 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,15$ %.

4.1.2 ГСО 11115-2018 – СО состава сильвинита верхнекамского месторождения. Массовая доля калия хлористого (23,00 – 32,00) %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО (P=0,95) $\pm 0,15$ %.

4.1.3 Термогигрометр электронный Center 313. Диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 100 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %; диапазон измерений температуры (минус 20 – 60) °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °С.

4.1.4 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений от 80 до 106 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа.

4.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки анализатора следует соблюдать требования электробезопасности по ГОСТ 12.3.019, Приказу Минтруда России № 328 от 24.07.2013 г. «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

6.1 При проведении поверки анализатора соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395:

- температура окружающей среды, °С 20±5;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- напряжение питающей сети, В 220±22;
- частота питающей сети, Гц 50±1.

6.2 Перед проведением поверки следует проверить наличие «Руководства по эксплуатации» анализатора.

6.3. Проводят подготовку анализатора к измерениям в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

6.4 Устанавливают время единичного измерения 600 с и число измерений 10. Задают массовую долю калия хлористого в стандартном образце. Подготавливают и устанавливают кювету со стандартным образцом.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности анализатора требованиям, установленным в эксплуатационной документации;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики анализатора;
- наличие заземления;
- наличие на передней и задней панелях обозначения, заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя, обозначений переключателей, соединительных разъемов;
- наличие свинцовой пластины под анализатором;
- отсутствие калийсодержащих продуктов в радиусе 2 м.

7.2 (Исключен, Изм.№1).

7.3 (Исключен, Изм.№1).

7.4 Опробование

7.4.1 Подключают анализатор к электрической сети и переключают клавишу включения питания в положение «I». При включении анализатора должен быть слышен тон-сигнал. Должен гореть светодиод CPU (бесперебойное функционирование анализатора). Текущий режим работы должен выводиться на дисплей микроконтроллера.

7.4.2 Проводят идентификацию встроенного программного обеспечения (ПО)

ПО идентифицируется при включении анализаторов путем вывода на экран идентификационного наименования.

Идентификационное наименование ПО должно соответствовать приведенному в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Росон-Lab
Идентификационное наименование исполняемого файла	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-
Цифровой идентификатор ПО	-

7.5 Определение метрологических характеристик

7.5.1 (Исключен, Изм.№1).

7.5.2 Определение СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и абсолютной погрешности (при отсутствии нормативного документа, регламентирующего методику измерений)

7.5.2.1 Определение СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и абсолютной погрешности проводят с использованием стандартных образцов (СО) по 4.1.1, 4.1.2. При необходимости СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и абсолютную погрешность определяют в диапазоне применения анализатора.

В соответствии с руководством по эксплуатации проводят 10 измерений массовой доли калия хлористого в материале каждого СО (в j-ой точке диапазона измерений) без пересыпки материала пробы после каждого измерения.

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли калия хлористого в j-той точке диапазона измерений по формуле

$$\bar{x}_j = \frac{\sum_{i=1}^n x_{ij}}{n}, \quad (1)$$

где n – число измерений;

x_{ij} - i-й результат измерений массовой доли калия хлористого в j-той точке диапазона измерений.

СКО случайной составляющей абсолютной погрешности S_{x_j} вычисляют по формуле

$$S_{x_j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_j)^2}{n \cdot (n-1)}}. \quad (2)$$

7.5.2.2 СКО случайной составляющей абсолютной погрешности не должно превышать: 0,20 % в диапазоне измерений от 20,00 % до 35,00 %; 0,25 % в диапазоне измерений от 35,00 % до 98,00 %.

Систематическую составляющую абсолютной погрешности вычисляют по формуле

$$\Theta_{\Sigma j} = |\bar{x}_j - A_j|, \quad (3)$$

где A_j – аттестованное значение массовой доли калия хлористого в j-м СО, %.

Абсолютную погрешность измерений массовой доли калия хлористого вычисляют

по формуле

$$\Delta_j = \pm K_j \cdot S_{\Sigma j}, \quad (4)$$

где K_j – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

Суммарное среднее квадратическое отклонение $S_{\Sigma j}$ оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma j} = \sqrt{\frac{\Theta_{\Sigma j}^2}{3} + S_{xj}^2}, \quad (5)$$

Коэффициент K_j для подстановки в формулу (4) определяют по формуле

$$K_j = \frac{t \cdot S_{xj} + \Theta_{\Sigma j}}{S_{xj} + \sqrt{\frac{\Theta_{\Sigma j}^2}{3}}}, \quad (6)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P = 0,95$ в зависимости от числа измерений n находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736.

7.5.2.3 Абсолютная погрешность измерений должна быть в интервале $\pm 0,50 \%$.

7.5.3 Определение абсолютной погрешности (при наличии нормативного документа, регламентирующего методику измерений)

7.5.3.1 Выполняют по стандартизованной или аттестованной методике измерений p измерений массовой доли калия хлористого в стандартном образце по 4.1.1, 4.1.2, регламентированных прописью методики измерений. При необходимости абсолютную погрешность определяют в диапазоне применения анализатора.

Расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли калия хлористого $r = |C_{\max} - C_{\min}|$ не должны превышать допустимого предела повторяемости, r_M , указанного в стандартизованной или аттестованной методике измерений.

Если полученные расхождения не превышают допустимого предела повторяемости r_M , то вычисляют среднее арифметическое значение результатов p параллельных измерений, принимают его за воспроизведенное значение массовой доли калия хлористого и обозначают как C_{KCl} .

Определяют модуль разности между воспроизведенным значением массовой доли калия хлористого (C_{KCl}) и значением, приведенным в паспорте СО (C), который принимают за абсолютную погрешность Δ . Если полученное значение абсолютной погрешности Δ меньше показателя точности, т.е.

$$\Delta = |C_{KCl} - C| \leq \Delta_M, \quad (7)$$

где Δ_M – показатель точности (границы допустимой погрешности), значение которого берут из стандартизованной или аттестованной по ГОСТ Р 8.563 методики измерений, то считают, что поверяемый анализатор выдержал поверку по 7.5.3.

Если в методике измерений погрешность измерений массовой доли калия хлористого приведена в относительной форме, то по полученному значению абсолютной погрешности Δ_M рассчитывают значение относительной погрешности по формуле

$$\delta_M = \frac{\Delta_M}{C} \cdot 100, \quad (8)$$

Примечание – При отсутствии в методике измерений показателя точности измерений Δ_M , за значение абсолютной погрешности методики измерений рекомендуется брать величину Δ'_M , рассчитываемую по формуле

$$\Delta'_M = \Theta_M + 1,96 \cdot S_M, \quad (9)$$

где Θ_M - показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность методики измерений), значение которого берут из стандартизованной или аттестованной методики измерений;

S_M – СКО результатов измерений.

Значение СКО рассчитывают по формуле

$$S_M = \frac{R_M}{Q(n, P)}, \quad (10)$$

где $Q(n, P)$ – квантиль размаха при числе измерений n и доверительной вероятности P (при $n=2$ и $P=0,95$ значение $Q(n, P)=2,77$; при $n=3$ и $P=0,95$ значение $Q(n, P)=3,31$);

R_M – предел показателя воспроизводимости, указанный в стандартизованной или аттестованной методике измерений.

В относительной форме показатель точности δ'_M рассчитывают по формуле

$$\delta'_M = \frac{\Delta'_M}{C} \cdot 100. \quad (11)$$

При отсутствии в методике измерений показателя точности и показателя воспроизводимости измерений и при наличии в методике измерений только предела повторяемости γ_M , допускается расчет показателя точности измерений проводить по формуле (9), взяв за значение предела показателя воспроизводимости R_M величину, равную γ_M .

7.5.3.2 Анализатор считают выдержавшим поверку по 7.5.3, если расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли калия хлористого не превышают допустимого предела повторяемости γ_M , указанного в стандартизованных или аттестованных методиках измерений, полученные значения абсолютной (или относительной) погрешности не превышают значений показателей точности, указанных в стандартизованных или аттестованных методиках измерений или рассчитанных по формулам (9) и (11).

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

8.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с Приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

(с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 "О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

(Измененная редакция, Изм. № 1)

8.3 В случае отрицательных результатов поверки анализатор признают непригодным к применению, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 "О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

А.В. Собина

Зам. зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

М.Ф. Кузнецова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(РЕКОМЕНДУЕМОЕ)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от « ____ » _____ 20__ г.

Наименование и тип анализатора _____
 Принадлежит _____
 Дата выпуска, зав. № _____
 Изготовитель _____
 Средства поверки _____
 Условия поверки _____
 Время единичного измерения _____
 Методика поверки: «ГСИ. Анализаторы калия хлористого в минеральных солях RGI ЛАВКАМ. Методика поверки» МП 119-223-2013 с изменением № 1.
 Методика измерений _____

Результаты поверки

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Определение метрологических характеристик _____

3.1 (Исключен, Изм.№1).

3.2 Определение СКО случайной составляющей абсолютной погрешности и абсолютной погрешности (при отсутствии нормативного документа, регламентирующего методику измерений)

Массовая доля калия хлористого в СО, %	Результаты измерений массовой доли калия хлористого, %	Среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли калия хлористого, %	СКО случайной составляющей абсолютной погрешности, %	Абсолютная погрешность, %

СКО случайной составляющей абсолютной погрешности не превышает (превышает): 0,20 % в диапазоне измерений от 20,00 % до 35,00 %; 0,25 % в диапазоне измерений от 93,00 % до 98,00 %.

Абсолютная погрешность измерений находится (не находится) в интервале $\pm 0,50$ %.

3.3 Определение абсолютной погрешности (при наличии нормативного документа, регламентирующего методику измерений)

Результаты измерений массовой доли калия хлористого, %			r, %	r _М , %	Δ, % (δ, %)	Δ _М , % (δ _М , %)
X ₁	...	X _n				

Расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли калия хлористого не превышают (превышают) допускаемого предела повторяемости, указанного в методике измерений _____.

Значения абсолютной (относительной) погрешности не превышают (превышают) значений показателей точности, указанных в методике измерений _____.

Заключение:

Анализатор годен (не годен) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель _____

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку:

(Измененная редакция, Изм. № 1)