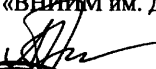


**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.Н. Пронин

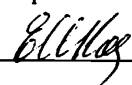
_____ 2019 г.



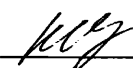
Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы термогравиметрические СК1С серии 5Е-МАС
Методика поверки
МП 2414-0074-2019**


Руководитель лаборатории
государственных эталонов и научных исследований
в области калориметрии сжигания
и высокочистых веществ метрологического назначения


_____ Е.Н. Корчагина

Инженер II категории


_____ К.А. Мишина

Научный сотрудник лаборатории госэталонов
в области измерения массы и силы


_____ В.И. Богданова

Санкт-Петербург
2019 г.

Содержание

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	3
2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
4 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
4.1 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ	6
4.2 ТРЕБОВАНИЯ К ОБОРУДОВАНИЮ	7
4.3 ТРЕБОВАНИЕ К МЕСТУ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	7
4.4 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ УСЛОВИЯ.....	7
5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА	7
5.1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ.....	7
5.2 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ	7
6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	7
7 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ПОВЕРКИ	8
8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	8
8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР	8
8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	9
8.3 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ ИДЕНТИФИКАЦИОННЫХ ДАННЫХ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ.....	9
8.4 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	10
8.4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары.....	10
8.4.2 Проверка абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги выполняют с использованием кварцевого песка и воды.....	11
8.4.3 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ	14
8.4.4 Проверка абсолютной погрешности измерений зольности	15
9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	15
ПРИЛОЖЕНИЕ А РЕКОМЕНДУЕМОЕ ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ ДЛЯ АНАЛИЗАТОРЫ ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЕ СКІС СЕРИИ 5E-МАС	17
НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ, СОКРАЩЕНИЯ И ОБОЗНАЧЕНИЯ	19
Нормативные ссылки	19
Принятые сокращения.....	19
Принятые обозначения.....	19
БИБЛИОГРАФИЯ.....	21

1 Область применения

Настоящая методика поверки (далее – методика) устанавливает процедуру и средства первичной и периодической поверки анализаторы термогравиметрические СКІС серии 5E-МАС, изготавливаемых компанией Changsha Kaiyuan Instruments Co. Ltd, Китай.

Анализаторы термогравиметрические СКІС серии 5E-МАС (далее – ТГА) предназначены для однократного измерения в режиме реального времени массовой доли влаги, зольности и выхода летучих веществ в угле, коксе и биотопливе. Средство измерения (далее – СИ) может применяться в мобильных и стационарных лабораториях.

Методика устанавливает методы и средства первичной (при ввозе в страну) и периодической поверки ТГА (после ремонта, при установке у потребителя и в эксплуатации), и распространяется на все ТГА, находящиеся в эксплуатации, включая вновь изготавливаемые.

Интервал между поверками – 1 год.

Перед проведением поверки владелец анализатора устанавливает самостоятельно необходимость юстировки весов в составе анализатора в соответствии с Приложением 1 Руководства эксплуатации (РЭ) и, в случае необходимости, выполняет юстировку весов в соответствии с РЭ.

Настоящей методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2 Операции поверки

2.1 Общие положения

Процедура поверки предусматривает проведение внешнего осмотра, подтверждение соответствия программного обеспечения (далее – ПО), определение метрологических и технических характеристик ТГА и обработку результатов измерений. При проведении поверки ТГА должны выполняться следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций, выполняемых при проведении поверки ТГА

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	п. 8.1	Да	Да
2 Опробование	п. 8.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 8.3	Да	Да
4 Проверка метрологических характеристик	п. 8.4		
4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары	п. 8.4.1	Да	Да
4.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги	п. 8.4.2	Да	Да
4.3 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ	п. 8.4.3	Да	Да
4.4 Проверка абсолютной погрешности измерений зольности	п. 8.4.4	Да	Да
Обработка результатов измерений	п. 9	Да	Да

2.2 Поверку прекращают, если в результате выполнения той или иной операции поверки получен отрицательный результат.

2.3 Перед проведением поверки выясняют вариант исполнения ТГА (вариант исполнения отражается в эксплуатационной документации).

3 Средства поверки

При проведении поверки должны использоваться следующие средства поверки (см. таблицу 2).

Таблица 2 – Перечень применяемых средств поверки

Наименование операции	Номер пункта МП	Средства поверки	Основные технические и/или метрологические характеристики
1 Внешний осмотр	п. 8.1	—	—
2 Опробование	п. 8.2	—	—
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 8.3	В соответствии с Р 50.2.077-2014	—
4 Проверка метрологических характеристик	п. 8.4	—	—
4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары	п. 8.4.1	Гири эталонные 1-го разряда с номинальным значением массы 1 г, 2 г, 5 г, 10 г, 20 г по Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 № 2818	$\pm 0,0005$ г
4.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги	п. 8.4.2	—Песок кварцевый по ГОСТ 4417-75; —Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72. Вспомогательное оборудование: дозаторы пипеточные, позволяющие дозировать 10 мкл, 1 мл, 4 мл.	$\pm 0,2$ %

4.3 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ	п. 8.4.3	— ГСО 10723-2015 Стандартный образец состава и свойств тощего угля (УТ-ВНИИМ)	±0,5
4.4 Проверка абсолютной погрешности измерений зольности	п. 8.4.4	— ГСО 10896-2017 Стандартный образец состава и свойств угля каменного марки Т (СО-44).	±0,5
Обработка результатов измерений	п. 9	—	—

Средства поверки, представленные в таблице 2, должны иметь действующие свидетельства о поверке или сертификаты калибровки. К ГСО должен прилагаться паспорт, содержащий аттестованные значения выхода летучих веществ и зольности.

Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого ТГА с требуемой точностью.

4 Условия проведения поверки

4.1 Условия проведения измерений

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +15 °С до +25 °С;
- относительная влажность воздуха не более 85 %;
- атмосферное давление: от 86 до 106 кПа;
- отсутствие воздушных потоков и вибраций;
- наличие виброустойчивого изолированного фундамента для установки анализатора;
- анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

Так же при проведении поверки СИ должны соблюдаться условия проведения поверки в соответствии с ГОСТ 8.395-80, условия эксплуатации поверяемого СИ и применяемых средств поверки.

4.2 Требования к оборудованию

Оборудование помещения, в котором находится поверяемое СИ, должно соответствовать требованиям его эксплуатационной документации.

4.3 Требование к месту проведения поверки

В месте проведения поверки СИ должны отсутствовать: вибрация, тряска, удары, установки, создающие сильное электромагнитное излучение, сильные потоки воздуха, помехи сети электрического питания. Не допускается эксплуатировать анализатор в помещениях, где есть опасность взрыва от электрической искры.

4.4 Дополнительные условия

СИ предоставляется на поверку своевременно откалиброванным согласно требованиям его эксплуатационной документации.

5 Требования к квалификации персонала

5.1 Общие требования

Проводящие поверку должны быть ознакомлены с нормативным документом ГОСТ 8.395, приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 [1], а также с эксплуатационной документацией поверяемого СИ и применяемых средств поверки.

5.2 Требования к квалификации поверителя

Поверку проводят обученные специалисты метрологических институтов или аккредитованных метрологических служб юридических лиц, допущенные к работам по поверке.

Проводящие поверку должны быть ознакомлены с настоящей методикой поверки, эксплуатационной документацией поверяемого СИ и применяемых средств поверки.

Специалисты, проводящие поверку, должны иметь высшее или среднее техническое образование и иметь квалификацию поверителя в соответствующей области измерений, должны изучить правила работы с поверяемым средством измерений и обладать соответствующей квалификацией.

6 Требования безопасности

6.1 Все работы, относящиеся к поверке СИ, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в эксплуатационной документации поверяемого СИ.

6.2 При поверке соблюдают требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007.

6.3 При проведении поверки соблюдают правила ПОТ Р М–016–2001 РД 153–34.0–03.150–00 [2] и правила ПТЭЭП [3].

6.4 Запрещается работать с СИ при отсутствии защитного заземления. Заземление должно быть выполнено в соответствии с правилами ПТЭЭП [3].

6.5 Работу с баллонами, содержащими газовые смеси под давлением, проводят в соответствии с правилами [4] (для анализаторов СКИС модификации 5E-МАС6710).

7 Подготовка к проведению поверки

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Проверяют работоспособность всех систем ТГА, обеспечивающих режим измерений, в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

7.3 Перед проведением испытаний весы в составе анализатора должны быть выдержаны в помещении в распакованном виде не менее 12 часов, включены в сеть и выдержаны во включенном состоянии не менее 12 часов.

7.4 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.

7.5 К ТГА подключают газовый баллон с азотом (для анализаторов СКИС модификации 5E-МАС6710).

7.6 Для анализаторов СКИС модификации 5E-МАС6710: открывают вентиль баллона и устанавливают необходимое давление на входе газа в ТГА. По показаниям редуктора на плате газоподготовки проверяют герметичность магистрали подвода газа.

7.7 Производят измерения температуры и влаги воздуха в месте установки ТГА.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:

– комплектность и маркировку ТГА в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;

– отсутствие внешних повреждений, способных повлиять на работоспособность ТГА;

– отсутствие трещин, вмятин, разрывов, перегибов, следов коррозии на газовых магистралях и элементах системы газовой подводки ТГА;

– исправность органов управления, настройки, коррекции, отображения данных.

8.1.2 Анализаторы, забракованные при внешнем осмотре, дальнейшей поверке не подлежат.

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании анализатор приводят в рабочее состояние. Индикация показаний на экране должна быть четкой и исправной.

8.2.2 Убедиться, что все тигли и ложечки для образцов чистые и сухие. Поместить все тигли на карусель анализатора, крышки тиглей разместить по внутреннему радиусу карусели.

8.2.3 Результаты признают положительными, если анализатор вышел в рабочий режим в соответствии с РЭ.

8.3 Подтверждение соответствия идентификационных данных программного обеспечения

Анализаторы термогравиметрические СКИС серии 5E-МАС функционируют на основе автономного и встроенного программного обеспечения (ПО). Автономное ПО устанавливается на компьютер и работает под управлением операционной системы семейств Microsoft. Встроенное ПО осуществляет функции сбора, отображения и передачи измерительной информации.

8.3.1 Для подтверждения соответствия программного обеспечения на этапе поверки для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера) ПО. Номер версии автономного ПО идентифицируется при включении программного обеспечения на персональном компьютере путем вывода на экран номера версии с помощью специальной вкладки меню: «Help» → «Version».

Для подтверждения соответствия встроенного ПО (идентификационного наименования ПО) необходимо включить программное обеспечение на персональном компьютере и открыть с помощью специальной вкладки меню: «Settings → Port Settings».

8.3.2 Для идентификации ПО ТГА необходимо сверить следующие идентификационные данные ПО:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии ПО;
- заводской номер поверяемого ТГА, указанный на корпусе СИ.

8.3.3 Результаты признают положительными, если идентификационное наименование ПО и номер версии программного обеспечения соответствует указанному в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значения		
	Встроенное ПО		Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	Прошивка	WKE204, BS224S, ATX224, CP214*	5E Automatic Proximate Analysis System
Номер версии ПО	—	—	не ниже V1.0.40**

* Идентификационное наименование встроенного ПО установлено одно из перечисленных.
 ** Номер версии слева и справа может дополняться метрологически не значимой буквой.

8.4 Проверка метрологических характеристик средства измерений

8.4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары

Проверку абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары выполняют с помощью нагружения и разгружения весов анализатора гириями, равномерно распределенными во всем диапазоне измерений массы образцов. Используют гири следующих номинальных значений: 1 г, 2 г, 5 г, 10 г, 20 г соответствующие 1-му разряду по Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 № 2818. Используют нагрузки: 1 г, 2 г, 5 г, 10 г, 20 г и 30 г.

Примечание: не нагружайте образцы в тигель номер 0 (корректировочный тигель). Пожалуйста, наденьте чистые и сухие перчатки перед загрузкой гири (гирь).

Измерение массы проводится в следующей последовательности:

- а) войти с помощью программного обеспечения в меню анализа, для этого пройдите в «Analysis»;
- б) в открывшемся окне выберите 1 тигель для анализа в соответствии с РЭ и нажмите «Next»;
- в) нажмите кнопку «Weight Crucible», система автоматически взвесит пустые тигли, после этого нужно нажать «Weight sample», анализатор будет сигнализировать в моменты, когда нужно будет помещать образец (гирю, гири) в тигель (сначала система взвешивает пустой тигель, обнуляет его массу и издает звуковой сигнал, в этот момент можно добавить образец (гирю, гири);
- г) при прохождении тигля над весами карусель опускается и устанавливает тигель на шток весов;

- д) поместить гирию (гири) в тигель, который опустился на штوك весов;
- е) считать показания массы гири (гирь) с дисплея анализатора;
- ж) убрать гирию (гири) из тигля;
- з) выполнить операции в последовательности с д) по ж) для следующих нагрузок;
- и) после завершения взвешивания всех нагрузок нажать на анализаторе кнопку «Config», в ПО нажать кнопку «Stop Analysis».

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

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

где L_j – j-ое показание массы гири (гирь) с дисплея анализатора, г;

m_j – значение условной массы гирь, помещаемых в тигель, г;

j – порядковый номер измерения.

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

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

Анализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений массы пробы после выборки массы тары не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности, приведенной в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики измерений массы пробы

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массы пробы, г	от 0,01 до 30
Дискретность (d), мг, при измерении массы пробы	0,1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары, г	$\pm 0,0005$

8.4.2 Проверка абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги выполняют с использованием кварцевого песка и воды

Проверку абсолютной погрешности измерения влаги следует проводить при различных значениях влаги и для различной массы смеси кварцевого песка и дистиллированной воды в соответствии с таблицей 5.

Воду необходимой массы можно добавлять при использовании дозаторов пипеточных, позволяющих дозировать 10 мкл, 1 мл, 4 мл.

Таблица 5 - Проверка абсолютной погрешности измерения влаги следует проводить при различных значениях влаги и для различной массы смеси кварцевого песка и дистиллированной воды

№ п/п	Теоретическое значение влаги, %	Масса сухого кварцевого песка, г, m_c	Масса воды, г (объем воды, добавляемый при использовании дозатора пипеточного)	Масса влажного кварцевого песка, г $m_{вл}$	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, %
1	≈ 80 %	1,0±0,1	4±0,1 (4 мл)	5,0±0,1	±0,2
2	≈50 %	1,0±0,1	1±0,1 (1 мл)	2,0±0,1	±0,2
3	≈25 %	3,0±0,1	1±0,1 (1 мл)	4,0±0,1	±0,2
4	≈10 %	9±0,1	1±0,1 (1 мл)	10±0,1	±0,2

Измерение массовой доли влаги проводится в следующей последовательности для всех соотношений кварцевого песка и кварцевого песка с водой по таблице 5:

- а) включить анализатор и компьютер по очереди, подготовить анализатор к работе в соответствии с РЭ;
- б) войти с помощью ПО в меню настроек (меню «Settings»), поставить галочку только на пункт «Moisture», установить требуемые температурно-временные параметры 107 °С - 60 мин;
- в) войти с помощью программного обеспечения в меню анализа, для этого пройдите в «Analysis»;
- г) в открывшемся окне ПО выберите нужное количество тиглей в соответствии с РЭ, после этого нажмите кнопку «Next»;
- д) в появившейся таблице в столбе «Sample Name» ввести имя для каждого образца;
- е) нажмите кнопку «Weight crucible», система автоматически взвесит пустые тигли;
- ж) после этого нужно нажать «Weight sample», при прохождении тигля над весами карусель опускается и устанавливает тигель на штوك весов;

- з) анализатор будет сигнализировать в моменты, когда нужно будет помещать образец в тигель (Сначала система взвешивает пустой тигель, обнуляет его массу и издает звуковой сигнал, в этот момент можно добавить образец);
- и) после обнуления массы пустого тигля, открыть дверь анализатора и насыпать в тигель кварцевый песок в соответствии с п. 1 таблицы 5, ориентируясь по показаниям на дисплее анализатора;
- к) песок равномерно распределить по всей поверхности тигля, зафиксировать точное значение его массы, m_c (масса сухого кварцевого песка до сушки);
- л) долить в песок с помощью шприца или пипетки дистиллированную воду, равномерно распределяя ее по поверхности песка так, чтобы масса влажного песка ($m_{вл}$) соответствовала таблице 5;
- м) зафиксировать точное значение массы влажного кварцевого песка, $m_{вл}$, по показаниям на дисплее анализатора в момент нажатия кнопки «Сonfirm» (в момент нажатия кнопки «Сonfirm» показания массы влажного песка сохраняться в ПО);
- н) далее анализатор автоматически переместит карусель в позицию с следующим анализируемым тиглем;
- о) повторить пункты (и)-(м) для последующих образцов по таблице 5;
- п) когда все образцы насыпаны и смочены водой, закрыть крышку анализатора (у 6710 крышка закроется автоматически) и нажать в ПО «Start analysis», анализатор автоматически проведет анализ, по окончании анализа в ПО высветиться сообщение;
- р) по завершению анализа считать результаты измерения влаги $W_{изм}$ в пробах из ПО, либо распечатать их на принтере.

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 чистым тиглем 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.

8.4.2.1 Рассчитывают значения массовой доли влаги $W_{расч}$, %, по формуле:

$$W_{расч} = \frac{(m_{вл} - m_c)}{m_{вл}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $m_{вл}$ – масса влажного кварцевого песка, зафиксированная по показаниям на дисплее анализатора, г

m_c – масса сухого кварцевого песка (до сушки), зафиксированная по показаниям на дисплее анализатора, г.

8.4.2.2 Абсолютную погрешность измерения массовой доли влаги Δ определяют по формуле

$$\Delta = W_{изм} - W_{расч}, \quad (3)$$

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

$W_{расч}$ – значения массовой доли влаги, рассчитанное по формуле (2), %.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений массовой доли влаги не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности, приведенной в таблице 6.

Таблица 6 – Метрологические характеристики измерений массовой доли влаги

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли влаги, %	от 0,3 до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги	$\pm 0,2$

8.4.3 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ

Определение диапазона измерений выхода летучих веществ выполняют одновременно с определением абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если диапазон измерений выхода летучих веществ соответствует приведенному в документации изготовителя.

Испытания анализаторов СКИС серии 5Е-МАС будут осуществляться с использованием государственных стандартных образцов с известными значениями выхода летучих веществ, приведенных в таблице 3.

Абсолютную погрешность результатов измерений выхода летучих веществ вычисляют по формуле:

$$\pm \Delta_{k,V^d} = V_k^d - V_{k,\Gamma}^d \quad (4)$$

где: $\pm \Delta_{k,V^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений выхода летучих веществ k -ой пробы ГСО, %;

V_k^d – результат измерения выхода летучих веществ k -ой пробы ГСО, %;

$V_{k,\Gamma}^d$ – аттестованное значение выхода летучих веществ k -ой пробы ГСО, %.

Полученные значения погрешностей сравнивают с нормируемыми значениями, установленными в Описании типа:

$$\pm\Delta_{k,r^d} \leq 0,5 \% \quad (5)$$

Результаты поверки считаются положительными при выполнении всех условий, перечисленных в п. 8.4.3

8.4.4 Проверка абсолютной погрешности измерений зольности

Определение диапазона измерений выхода зольности выполняют одновременно с определением абсолютной погрешности измерений зольности.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если диапазон измерений зольности соответствует приведенному в документации изготовителя.

Испытания анализаторов СКИС серии 5E-МАС будут осуществляться с использованием государственных стандартных образцов с известными значениями зольности, приведенных в таблице 4.

Абсолютную погрешность результатов измерений зольности вычисляют по формуле:

$$\pm\Delta_{k,A^d} = A_k^d - A_{k,r}^d \quad (9)$$

где: $\pm\Delta_{k,A^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений зольности k-ой пробы ГСО, %;

A_k^d – результат измерения зольности k-ой пробы ГСО, %;

$A_{k,r}^d$ – аттестованное значение зольности k-ой пробы ГСО, %.

Полученные значения погрешностей сравнивают с нормируемыми значениями, установленными в Описании типа:

$$\pm\Delta_{k,A^d} \leq 0,5\% \quad (10)$$

Результаты поверки считаются положительными при выполнении всех условий, перечисленных в п. 8.4.4

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении А.

9.2 На ТГА, признанный годным к применению, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

9.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности установленной формы с указанием причин непригодности.

9.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и (или) на ТГА.

Общий вид анализаторов и место нанесения знака поверки представлены на рис. 1.
Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

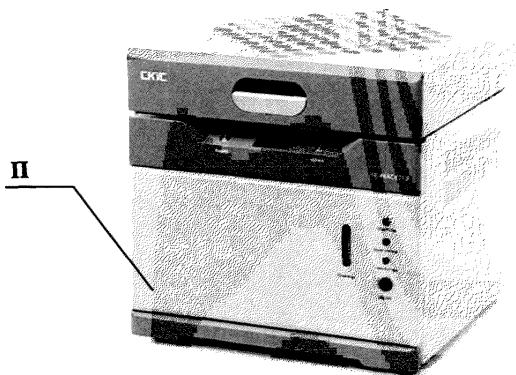


Рисунок 1 – Общий вид анализатора термогравиметрического SKIC серии 5E-MAC
(идентичен для двух вариантов исполнения,
позиция «П» обозначает место нанесения знака поверки)

Приложение А

Рекомендуемое

Форма протокола поверки для анализаторов термогравиметрических

СКІС серии 5Е-МАС

Наименование СИ, модификация	Анализатор термогравиметрический СКІС серии 5Е-МАС
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	
Заводской номер	
Изготовитель	Changsha Kaiyuan Instruments Co. Ltd
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	
Адрес места выполнения поверки	
Вид поверки	первичная / периодическая
Методика поверки	МП 2414-0074-2019 «Анализаторы термогравиметрические СКІС серии 5Е-МАС. Методика поверки»

Средства поверки	Метрологические характеристики
<Наименование>, зав. № _____, свидетельство о поверке № _____, выдано _____, срок годности _____.	

Условия поверки:

Параметры	Измеренные значения	Требования НД
– температура окружающего воздуха, °С		от +15 до +25
– относительная влажность воздуха, %		не более 85
- атмосферное давление, кПа		от 86 до 106

Результаты поверки:

Результаты внешнего осмотра: _____

Подтверждение соответствия идентификационных данных ПО: _____

– идентификационное наименование: _____

– номер версии: _____

Результаты определения метрологических характеристик ТГА:

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

(/ извещение о непригодности к применению № _____ от _____

<причины непригодности ... >).

Поверку произвел: _____

(подпись)

(ФИО)

(дата)

Нормативные ссылки, сокращения и обозначения

Нормативные ссылки

В настоящей методике применены следующие нормативные ссылки:

Р 50.2.077-2014 «Испытания средств измерений в целях утверждения типа. Проверка защиты программного обеспечения»

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

ГОСТ 12.1.007 «Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности»

Примечание – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Принятые сокращения

В настоящей методике применены следующие сокращения:

ТГА – анализаторы термогравиметрические СКИС серии 5E-MAC;

СИ – средство измерений;

РЭ – руководство по эксплуатации;

ПО – программное обеспечение

ГСО – государственный стандартный образец;

МХ – метрологические характеристики.

Принятые обозначения

В настоящей методике применены следующие обозначения:

Δ_j – погрешность взвешивания при каждом j -ом измерении;

L_j – j -ое показание массы гири (гирь) с дисплея анализатора, г;

m_j – номинальное значение массы гирь, помещаемых в тигель, г;

j, k – порядковый номер измерения;

m_c – масса сухого песка до сушки;

$m_{вл}$ – исходная масса влажного песка;

$W_{измер}$ – результаты измерения влаги в образцах из ПО, %;

$W_{расч}$ – относительная влажность, вычисленная анализатором, %;

Δ – абсолютная погрешность измерений массовой доли влаги;

$\pm \Delta_{k,V^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений выхода летучих веществ к-ой пробы ГСО, %;

V_k^d – результат измерения выхода летучих веществ к-ой пробы ГСО, %;

$V_{k,r}^d$ – аттестованное значение выхода летучих веществ к-ой пробы ГСО, %;

$\pm \Delta_{k,A^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений выхода летучих веществ к-ой пробы ГСО, %;

A_k^d – результат измерения зольности к-ой пробы ГСО, %;

$A_{k,r}^d$ – аттестованное значение зольности к-ой пробы ГСО, %.

Библиография

- [1] Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке
- [2] ПОТ Р М–016–2001 РД 153–34.0–03.150–00 Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок (утверждены Постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 5 января 2001 г. № 3; приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 27 декабря 2000 г. № 163).
- [3] ПТТЭП Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» (утверждены Приказом Министерства энергетики РФ от 13.01.2003 г. № 6)
- [4] ПБ 03–576–03 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением (утверждены Госгортехнадзором РФ 11.06.2003 № 91).