

СОГЛАСОВАНО

Директор ЗАО «БМЦ»

БМЦ

Данилович Ю.А.

для документов 09.14

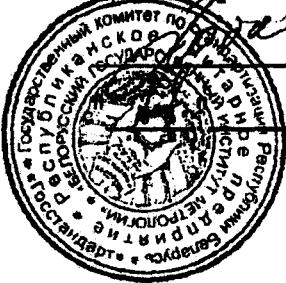


УТВЕРЖДАЮ

Директор БелГИМ

Н.А. Жагора

12 2014



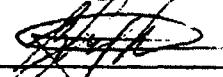
ИЗВЕЩЕНИЕ № 1

Об изменении МРБ МП. 2371-2013

КАЛОРИМЕТР БОМБОВЫЙ ИЗОПЕРИОЛИЧЕСКИЙ
БИК 100

РАЗРАБОТАНО

Инженер ЗАО «БМЦ»

 Васаренко И.В.

"15" 12 2014

2014

СОГЛАСОВАНО

Директор ЗАО «БМЦ»

Л.Н. НИЛОВИЧ Ю.А.
документов
окт 2013

УТВЕРЖДАЮ

Директор БелГИМ

Н.А. Жагора
11/ 2013

КАЛОРИМЕТР БОМБОВЫЙ ИЗОПЕРИБОЛИЧЕСКИЙ
БИК 100

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МРБ МП. 2371-2013

РАЗРАБОТАНО

Инженер ЗАО «БМЦ»

И.В. Васаренко
10 «октябрь» 2013

2013

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1 Операции поверки.....	3
2 Средства поверки.....	4
3 Требования безопасности	5
4 Условия поверки.....	5
5 Подготовка к поверке.....	6
6 Проведение поверки.....	6
7 Оформление результатов поверки.....	11
Приложение А (справочное).....	12
Приложение Б (справочное).....	13



Настоящая методика поверки распространяется на калориметры бомбовые изопериболические БИК 100 (далее – калориметр) производства ЗАО "БМЦ", Беларусь и устанавливает содержание и методику его первичной и последующих поверок.

Калориметры предназначены для определения теплоты сгорания твердых топлив по ГОСТ 147, жидких топлив по ГОСТ 21261, газообразных топлив в соответствии с методикой выполнения измерений узаконенной в установленном порядке, биотоплив, кормов и строительных материалов в лабораторных условиях.

Основные метрологические характеристики калориметра приведены в приложении А.

Настоящая методика поверки разработана в соответствии ТКП 8.003.

Межповерочный интервал – не более 12 месяцев (для калориметров, применяемых в сфере законодательной метрологии).

1 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты:

ГОСТ 147-95 "Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низкой теплоты сгорания".

ГОСТ 2263-79 "Натр едкий технический. Технические условия".

ГОСТ 5583-78 "Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия".

ГОСТ 6709-72 "Вода дистиллированная. Технические условия".

ГОСТ 9147-80 "Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия".

ГОСТ 9285-78 "Калия гидрат окиси технический. Технические условия".

ГОСТ 20292-74 "Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюretki, пипетки. Технические условия".

ГОСТ 21261-91 "Нефтепродукты. Метод определения высшей теплоты сгорания и вычисление низкой теплоты сгорания".

ГОСТ 25336-82 "Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры".

ТКП 181-2009 "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей".

2 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при поверке	
		первой	последующей
1	2	3	4
1. Внешний осмотр	7.1	да	да
2. Проверка функциональных возможностей	7.2	да	да
3. Определение энергетического эквивалента калориметра	7.3	да	нет
4. Определение относительной погрешности определения энергетического эквивалента (эффективной теплоемкости) калориметра	7.4	да	нет
5. Определение предела допускаемой относительной погрешности калориметра	7.5	нет	да



Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
6. Определение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности калориметра	7.6	нет	да
7. Оформление результатов поверки	8	да	да

2.2 При проведении поверки должны применяться средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) эталонов и вспомогательных средств поверки, их метрологические и основные технические характеристики, обозначение ТНПА	1	2
		7.3 – 7.6	7.3 – 7.6
7.3 – 7.6	Стандартный образец удельной теплоты сгорания (бензойная кислота К-3). ГСО 5504-90. Молярная доля основного компонента ($99,990 \pm 0,003$) %. Удельная энергия сгорания, приведенная в сертификате.		
7.3 – 7.6	Весы аналитические электронные. НПВ до 200 г, пределы допустимой погрешности $\pm 0,2$ мг.		
7.3 – 7.6	Весы лабораторные. НПВ не менее 7 кг, пределы допустимой погрешности $\pm 0,5$ г.		
7.3 – 7.6	Кислород газообразный технический. По ГОСТ 5583 в стальном баллоне с установленным на нем редуктором с кислородными манометрами.		
7.3 – 7.6	Манометр кислородный избыточного давления МП2. Диапазон измерений от 0 до 4 или 6 МПа, класс точности не хуже 2,5.		
7.3 – 7.6	Проволока запальная металлическая. Материал проволоки – медь, платина, константан, никель, хромоникель и т.д. Номинальный диаметр в пределах от 0,05 до 0,1 для платины, от 0,1 до 0,2 мм для других металлов.		
7.3 – 7.6	Тигель для сжигания. Материал тигля – платина, специальная сталь, кварц. Диаметр от 15 до 30 мм, глубина от 10 до 20 мм, дно плоское, толщина стенок для металла $\sim 0,5$ мм, платины $\sim 0,3$ мм, кварца $\sim 1,5$ мм.		
7.3 – 7.6	Пресс и пресс формы для таблеток. Пресс, создающий гидравлическое или механическое усилие примерно от 10 т и прессующий таблетки с помощью пресс-формы диаметром в диапазоне от 10 до 13 мм.		
7.3 – 7.6	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.		
7.3 – 7.6	Калия гидрооксид или натрия гидрооксид по ГОСТ 9285 или по ГОСТ 2263.		
7.3 – 7.6	Эксикатор диаметром 190 мм по ГОСТ 25336.		
7.3 – 7.6	Вставка для эксикатора диаметром 175 мм по ГОСТ 9147.		
7.3 – 7.6	Стакан стеклянный низкий ГХ с носиком 250 см^3 по ГОСТ 25336.		
7.3 – 7.6	Бюretка стеклянная, вместимостью 10 см^3 с ценой деления $0,05 \text{ см}^3$ по ГОСТ 20292.		
7.3 – 7.6	Пипетка стеклянная объемом 1 см^3 по ГОСТ 20292.		
7.3 – 7.6	Колба стеклянная, плоскодонная объемом 1000 см^3 по ГОСТ 25336.		
7.3 – 7.6	Стеклянный сосуд с плоским дном, должен обеспечивать полное погружение бомбы		
7.3 – 7.6	Капельница стеклянная объемом 25 см^3 .		
7.3 – 7.6	Измеритель температуры эталонный (ИТЭ). Диапазон измерения температуры от минус 80 °C до 420 °C, пределы абсолютной погрешности измерения температуры $0,01$ °C.		
7.1 – 7.6	Барометр БАММ-1. Диапазон измерений от 86 до 106 абсолютной погрешности измерения давления $\pm 0,2$ кПа		



Таблица 2

1	2
7.1 – 7.6	Термогигрометр ИВА-ББ. Диапазон измерений температуры от минус 40 °С до 50 °С; пределы абсолютной погрешности измерения температуры в диапазоне от минус 40 °С до 0 °С: ±2 °С; пределы абсолютной погрешности измерения температуры в диапазоне от 0 °С до 50 °С: ±0,5 °С. Диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 98 %, пределы абсолютной погрешности измерения относительной влажности ±3 %

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 К проведению измерений при поверке допускаются лица, имеющие необходимую подготовку для работы с поверяемыми преобразователями, а также имеющие достаточный опыт работы с используемыми эталонами.

3.2 Проверка осуществляется непосредственно поверителями, которые подтвердили компетентность выполнения данного вида поверочных работ.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При поведении поверки должны соблюдаться "Межотраслевые правила по охране труда при работе в электроустановках" и ТКП 181-2009 "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей".

4.2 При проведении поверки необходимо руководствоваться требованиями, изложенными в руководстве по эксплуатации на поверяемые преобразователи, применяемые эталоны и вспомогательное оборудование.

4.3 Требования безопасности при работе с калориметром – в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

4.4 Требования безопасности при работе с химическими реагентами – по инструкции "Основные правила безопасности работы в химических лабораториях".

4.5 При работе с кислородом, находящимся под давлением необходимо соблюдать "Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением".

4.6 Кислородный редуктор высокого давления с манометрами должен иметь паспорт изготовителя с отметкой годности в свидетельстве о приемке.

4.7 Калориметрические бомбы должны иметь документ (аттестат, свидетельство или справку), подтверждающий испытания их гидравлическим давлением 10,8 Мпа (испытания дополнительно проводят в случае износа или повреждения резьбы на корпусе и крышке бомбы).

5 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха °С 20 ± 35

температура окружающего воздуха, °С 20 ± 25
относительная влажность воздуха, % 30–80

атмосферное давление, Па

атмосферное давление, кг/га 84-106,7.

3.2 Калориметр должен быть защищен от прямого воздействия солнечных лучей.

5.4 Серию экспериментов по определению энергетического эквивалента необходимо проводить в течение не более 4-х дней, в течение которых изменение температуры в помещении не должно превышать 4°C .



6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Необходимо выполнить все мероприятия по технике безопасности;

6.2 Просушить стандартный образец бензойной кислоты в эксикаторе над свежим фосфорным ангидридом в течение 24 ч (возможна замена фосфорного ангидрида на осушители, близкие к нему по степени осушки: например, ангидроном $Mg(ClO_4)_2$, CaO_2).

6.3 Подготовить чистую стеклянную посуду и пресс-форму.

6.4 Изготовить при помощи пресса и пресс-формы 6 таблеток бензойной кислоты, каждый массой 1.00 ± 0.01 г, и выдержать в эксикаторе над осушителем не менее трех суток перед использованием.

6.5 Калориметрическая бомба после испытаний или после случайного загрязнения, а также перед началом работы, должна быть разобрана, протерта, промыта этиловым спиртом и дистиллированной водой. А затем просушена и собрана.

6.6 Приготовить 0,1 н раствор гидроокиси калия или гидроокиси натрия и 1 % раствор индикатора метилового красного (или оранжевого);

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Внешний осмотр проводится без включения питания.

7.1.2 При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность калориметра, включая исправность органов управления (кнопки, переключатели, тумблеры, дисплеи, вилки и т.п.), отсутствие коррозии на деталях, находящихся в воде;

- отсутствие дефектов, которые могут привести к ошибкам в измерениях,

- отсутствие повреждений, которые могут повлиять на безопасность работы на приборе;

- соответствие калориметра требованиям технической документации, включая комплектность калориметрической бомбы, устройства для заполнения бомбы кислородом и т.п.

7.1.3 Калориметр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

7.2 Проверка функциональных возможностей

7.2.1 Проверка производится при подаче электропитания на калориметр.

7.2.2 При поверке устанавливают:

- отображение на жидкокристаллическом дисплее калориметра информации, вид которой установлен в эксплуатационных документах на калориметр (паспорт);

- наличие реакций на нажатие кнопок в соответствии с паспортом.

7.3 Определение энергетического эквивалента калориметра

7.3.1 Метод определения энергетического эквивалента основан на сжигании стандартного образца удельной теплоты сгорания (бензойной кислоты) в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода.

7.3.2 Для проведения калориметрического эксперимента по сжиганию бензойной кислоты необходимо выполнить следующие операции:

- включить калориметр в соответствии с паспортом;

- взвесить подготовленную и высушеннную по 5.4 бензойную кислоту и отрезок запальной проволоки в тигле для сжигания на аналитических электронных весах;

- поместить тигель с таблеткой бензойной кислоты в кольцо держателя бомбы;

- конец запальной проволоки необходимо закрепить на одном электроде бомбы, а второй конец продеть через отверстие таблетки и закрепить на другом электроде (проводка не должна касаться тигля);

- налить 1 cm^3 дистиллированной воды в калориметрическую бомбу;

- установить бомбу в подставку и присоединить к приспособлению для наполнения бомбы кислородом;

- обеспечить подачу кислорода в бомбу до давления 3,0 МПа;



- опустить бомбу в стеклянный сосуд с дистиллированной водой и выдержать примерно 1 мин для проверки бомбы на герметичность;
- при отсутствии утечек кислорода бомбу извлечь из сосуда, подсоединить к крышке сосуда;
- установить бомбу в сосуд и проверить, чтобы не было препятствий вращению мешалки сосуда;
- заполнить сосуд дистиллированной водой так, чтобы верхняя часть бомбы была полностью погружена в воду;
- взвесить сосуд с водой и бомбой на лабораторных весах и довести его вес (добавляя или отливая дистиллированную воду) до массы указанной в паспорте прибора (масса сосуда должна быть постоянной при всех определениях с данной бомбой и значение ее должно быть записано в исходные данные для расчета);
- установить сосуд в гнездо калориметра;
- подсоединить контакты цепи зажигания, соединители нагревателя и закрыть гнездо крышкой;
- провести калориметрический эксперимент в соответствии с паспортом на калориметр;
- измеренные значения температуры автоматически запоминаются и записываются в память микропроцессора, которые с помощью интерфейса USB могут быть переданы на ПЭВМ (одновременно может быть обеспечено считывание значений температур, получаемых в процессе калориметрического эксперимента, вручную);
- после окончания эксперимента выключить и разобрать калориметр;
- открыть выходной клапан и выпустить газ, разобрать бомбу. Собрать остатки запальной проволоки и взвесить их;
- при отсутствии вкрашений сажи внутри бомбы или несгоревшей бензойной кислоты смыть содержимое канавки, крышки, корпуса и тигля в стакан тонкой струйкой дистиллированной воды, при этом стараться использовать минимальное количество смывной воды, желательно 150 см³. Добавить 2 капли метилового красного и титровать 0,1 н раствором гидроокиси. Измерить объем раствора гидроокиси, израсходованного на титрование, с целью определения поправки на образование азотной кислоты. Бомбу и тигель промыть несколько раз горячей дистиллированной водой. Протереть и просушить бомбу при открытых клапанах. Если внутри бомбы имеются вкрашения сажи или несгоревшая бензойная кислота, результат считать недействительным.

7.3.3 Провести 6 калориметрических экспериментов по сжиганию бензойной кислоты в соответствии с 6.3.2.

7.3.4 Энергетический эквивалент вычисляют по отношению количества теплоты, выделившейся при сгорании бензойной кислоты в калориметрической бомбе, к изменению температуры воды в калориметрическом сосуде за счет этого процесса.

6.3.5 Значение энергетического эквивалента (C_1), Дж/°С, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{Q_1 + Q_2 + Q_3}{\Delta t} = \frac{Q_1 + Q_2 + Q_3}{t_n - t_0 + \Delta h} \quad (1)$$

где Q_1 – количество теплоты, выделившейся при сгорании бензойной кислоты, Дж, рассчитываемое по формуле

$$Q_1 = q_1 m_1 \quad (2)$$

где q_1 – удельная теплота сгорания бензойной кислоты, Дж/г, приведенная в сертификате (в случае отклонений реальных бомбовых условий от указанных в сертификате, проводится корректировка значения удельной теплоты сгорания в соответствии с приложением к сертификату);

m_1 – масса бензойной кислоты, г.

Q_2 – количество теплоты, выделившееся при сгорании запальной проволоки, Дж, рассчитываемое по формуле

$$Q_2 = q_2 m_2$$

где q_2 – удельная теплота сгорания проволоки, Дж/г;

m_2 – масса сгоревшей проволоки, г, вычисляется по формуле



$$m_2 = m' - m'' \quad (4)$$

где m' – масса проволоки перед сгоранием, г;
 m'' – масса проволоки оставшейся после сгорания, г.

Q_3 – количество теплоты, выделившейся при образовании и растворении в воде азотной кислоты, Дж, рассчитываемое по формуле

$$Q_3 = q_3 \cdot V \quad (5)$$

где q_3 – теплота образования 1 см³ 0,1 н раствора азотной кислоты, равная 5,9 Дж/см³, рассчитанная из значения удельной теплоты образования азотной кислоты q_4 ;

V – объем 0,1 н раствора гидроокиси, израсходованной на титрование, см³;

где t_m – показание термометра, соответствующее конечной температуре главного периода, °С;

t_0 – показание термометра, соответствующее начальной температуре главного периода, °С;

Δt – изменение температуры воды в калориметрическом сосуде, °С рассчитываемое по формуле

$$\Delta t = t_m - t_0 + \Delta h \quad (6)$$

где t_m – показание температуры, соответствующее конечной температуре главного периода, °С;

Δh – поправка на теплообмен калориметрической системы с окружающей средой, °С, рассчитываемая по формуле

$$\Delta h = K \cdot \left[\frac{(t_0 + t_m)}{2} + \sum_{i=1}^{N_m} t_{mi} - N_m \cdot Q_3 \right] + N_m \cdot V_a \quad (7)$$

где N_m – число измерений в главном периоде;

i – от 1 до N_{m-1} ;

t_{mi} – значение температуры i -го измерения в главном периоде, °С;

K – константа охлаждения калориметра, вычисляемая по формуле

$$K = \frac{(V_n - V_0)}{(Q_n - Q_0)} \quad (8)$$

V_0 – средний ход изменения температуры в начальном периоде, вычисляемый по формуле

$$V_0 = \frac{\left[N_0 \sum_{i=1}^{N_0} N_{0i} t_{0i} - \left(\sum_{i=1}^{N_0} N_{0i} \right) \left(\sum_{i=1}^{N_0} t_{0i} \right) \right]}{\left[\left(\sum_{i=1}^{N_0} N_{0i} \right)^2 - N_0 \cdot \sum_{i=1}^{N_0} N_{0i}^2 \right]} \quad (9)$$

где N_0 – число измерений в начальном периоде;

N_{0i} – номер измерения в начальном периоде (i = от 1 до N_0);

t_{0i} – значение температуры i -го измерения в начальном периоде, °С;

Q_0 – средняя температура начального периода, °С, вычисляемая по формуле

$$Q_0 = \frac{(t_0 + t')}{2} \quad (10)$$

V_n – средний ход изменения температуры в конечном периоде, вычисляемый по формуле

$$V_n = \frac{\left[N_n \sum_{i=1}^{N_n} N_{ni} t_{ni} - \left(\sum_{i=1}^{N_n} N_{ni} \right) \left(\sum_{i=1}^{N_n} t_{ni} \right) \right]}{\left[\left(\sum_{i=1}^{N_n} N_{ni} \right)^2 - N_n \cdot \sum_{i=1}^{N_n} N_{ni}^2 \right]} \quad (11)$$

где N_n – число измерений в конечном периоде;

N_{ni} – номер измерения в конечном периоде (i = от 1 до N_n);

t_{ni} – значение температуры i -го измерения в конечном периоде, °С;

Q_n – средняя температура конечного периода, °С, вычисляется по формуле



$$Q_n = \frac{(t_n + t'')}{2} \quad (12)$$

7.3.6 Расчет значения энергетического эквивалента в каждом калибровочном опыте проводится с использованием программного обеспечения калориметра.

7.3.7 За значение энергетического эквивалента калориметра принимают среднее арифметическое значение б-и определений энергетического эквивалента, полученное по формуле

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^6 C_i}{6} \quad (13)$$

7.3.8 Результат определения энергетического эквивалента считается положительным, если значение энергетического эквивалента находится в диапазоне от 10030 Дж/К до 10430 Дж/К.

7.4 Определение относительной погрешности определения энергетического эквивалента (эффективной теплоемкости) калориметра

7.4.1 Среднее квадратическое отклонение (S) результата измерений энергетического эквивалента оценивают по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{30}} \quad (14)$$

7.4.2 Суммарное среднее квадратическое отклонение результата измерений энергетического эквивалента с учетом погрешности эталонной меры оценивают по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\Theta_c^2}{3} + S^2} \quad (15)$$

где $\Theta_c = \frac{\Delta_{M_0} \bar{C}}{100}$ – доверительные границы неисключенной систематической погрешности, Дж/°С;

$\Delta_{M_0} = 0,02\%$ – относительная погрешность эталонной меры теплоты сгорания "Бензойная кислота К-3";

7.4.3 Расчет границ доверительного интервала относительной погрешности

7.4.3.1 Коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{2,6 \cdot S + \Theta_c}{S + \sqrt{\frac{\Theta_c^2}{3}}} \quad (16)$$

где 2,6 – коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности 0,95 и числе опытов, равном б-и.

7.4.3.2 Верхнюю и нижнюю границы доверительного интервала Δ_c , Дж/°С, (при доверительной вероятности $P = 0,95$) погрешности результата измерений энергетического эквивалента находят по формуле

$$\Delta_c = \pm K S_{\Sigma} \quad (17)$$

7.4.3.3 Верхнюю и нижнюю границы доверительного интервала относительной погрешности результата измерений энергетического эквивалента вычисляют по формуле

$$\Delta_{0c} = \pm \frac{\Delta_c}{C} \cdot 100\% \quad (18)$$

7.4.3.4 Результат определения энергетического эквивалента считается положительным, если относительная погрешность Δ_{0c} не превышает $\pm 0,1\%$. В противном случае пытаются устранить причины, влияющие на разброс, и повторяют серию измерений. Если повторная серия не дает удовлетворяющего результата, то калориметр признают негодным к применению.

7.5 Определение предела допускаемой относительной погрешности калориметра

7.5.1 Значение энергетического эквивалента, определенное для каждой бомбы в соответствии с 4.6 устанавливают в "Меню" градуировочной характеристики калориметра.



7.5.2 Проводят шесть сжиганий образца ГСО 5504-90 "Бензойная кислота К-3" в калориметрической бомбе в соответствии с руководством по эксплуатации калориметра.

7.5.3 Получают серию измерений удельной энергии сгорания ГСО 5504-90 "Бензойная кислота К-3": $q_1, q_2, q_3, q_4, q_5, q_6$.

7.5.4 Обработку результатов измерений проводят с использованием математического аппарата калориметра, который позволяет получить на дисплее прибора значение исправленного подъема температуры.

7.5.5 Находят абсолютное расхождение между результатами двух измерений в первой и во второй паре измерений $|q_1-q_2|$ и $|q_3-q_4|$.

7.5.6 Абсолютное расхождение между результатами двух измерений в первой и во второй паре измерений сравнивают с пределом повторяемости, который для случая двух измерений вычисляют по формуле

$$r = 2,8 \cdot S_{\text{нормир}} \quad (19)$$

где

$$S_{\text{нормир}} = \frac{S_{0, \text{нормир}} \cdot 26454}{100} \quad (20)$$

где $S_{0, \text{нормир}}$ – предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности калориметра равный 0,05.

7.5.7 Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений в первой и во второй паре измерений не превышает предела повторяемости $r=37$, то в каждой паре в качестве окончательного результата рассчитывают среднее арифметическое значение результатов двух измерений по формулам

$$\bar{q}_1 = \frac{q_1 + q_2}{2} \quad (21)$$

$$\bar{q}_2 = \frac{q_3 + q_4}{2} \quad (22)$$

7.5.8 Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений в одной из пар измерений превышает предел повторяемости $r=37$, то находят абсолютное расхождение между результатами двух измерений в третьей паре измерений $|q_5-q_6|$ и вновь сравнивают с пределом повторяемости r .

7.5.9 Если расхождение не превышает предельного значения, то рассчитывают окончательный результат для третьей пары как среднее арифметическое значение

$$\bar{q}_3 = \frac{q_5 + q_6}{2} \quad (23)$$

7.5.10 Погрешность калориметра для каждой из двух пар с приемлемыми результатами измерений рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \bar{q}_i - q_{\text{эм}} \quad (24)$$

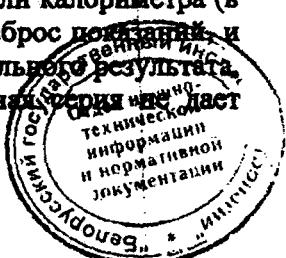
где $q_{\text{эм}}$ – удельная энергия сгорания эталонной меры ГСО 5504-90 "Бензойная кислота К-3", составляющая 26454 кДж/кг.

7.5.11 Относительную погрешность калориметра для двух пар с приемлемыми результатами рассчитывают по формуле

$$\delta_{i,0} = \frac{\bar{q}_i - q_{\text{эм}}}{q_{\text{эм}}} \cdot 100. \quad (25)$$

7.5.12 Относительная погрешность калориметра $\delta_{i,0}$ для каждой из двух пар не должна превышать $\pm 0,1\%$.

При невыполнении хотя бы одного из условий для соответствующей модели калориметра (в конкретном режиме работы) выявляют и устраняют причины, влияющие на разброс показаний и проводят новую серию измерений. Если повторная серия не дает удовлетворительного результата, то выполняют пункт 6.3 и проводят новую серию измерений. Если повторная серия не даст удовлетворительного результата, то калориметр признают негодным.



7.6 Определение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности калориметра

7.6.1 СКО случайной составляющей погрешности, полученное в серии из шести измерений рассчитывают по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (q_i - \bar{q})^2}{N-1}}, \quad (26)$$

где: N – число измерений в серии, равное шести;

\bar{q} – среднеарифметическое значение удельной энергии сгорания, рассчитанное по формуле

$$\bar{q} = \frac{\sum_{i=1}^N q_i}{N} \quad (27)$$

7.6.2 Относительное СКО, %, рассчитывают по формуле

$$S_0 = \frac{S}{\bar{q}} \cdot 100. \quad (28)$$

7.6.3 Относительное СКО случайной составляющей погрешности S_0 не должно превышать 0,05 %.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 По результатам поверки заполняется протокол, рекомендуемая форма которого приведена в приложении Б настоящей методики.

8.2 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о государственной поверке по форме, установленной ТКП 8.003-2011.

8.3 При отрицательных результатах поверки выдается заключение о непригодности по форме, установленной ТКП 8.003-2011 с указанием причин несоответствия. Калориметр, не прошедший поверку, к применению не допускается. Предыдущее свидетельство аннулируется.



**Приложение А
(обязательное)**

Метрологические характеристики :

1. Значение энергетического эквивалента калориметра может лежать в диапазоне от 10030 Дж/К до 10430 Дж/К;
2. Значение относительной погрешности определения энергетического эквивалента (эффективной теплоемкости) калориметра, %, не более, $\pm 0,1$;
3. Значение предела допускаемой относительной погрешности калориметра, %, не более, $\pm 0,1$;
4. Значение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности калориметра, %, не более, $\pm 0,05$;



ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ № _____

проверки бомбового изопериболического калориметра БИК 100

№ калориметра _____ Год выпуска _____
Принадлежит _____

наименование организации
Наименование организации, проводившей поверку _____
Проверка проводилась по методике поверки МРБ МП.
Условия проведения поверки _____

Средства поверки			
Наименование	Тип	Заводской номер	Дата поверки

Результаты поверки:

Б.1 Внешний осмотр _____

Б.2 Опробование _____

Б.3 Определение метрологических характеристик:

Б.3.1 Определение значение энергетического эквивалента калориметра

Таблица Б.1

Номер опыта (<i>i</i>)	Значение энергетического эквивалента, $C_i, Дж/°C$	Среднее значение энергетического эквивалента, $\bar{C}, Дж/°C$

Б.3.2 Определение относительной погрешности определения энергетического эквивалента (эффективной теплоемкости) калориметра

Таблица Б.2

Значение относительной погрешности определения энергетического эквивалента (эффективной теплоемкости) калориметра, $\Delta_{ос}, \%$	_____
--	-------



Б.3.3 Определение предела допускаемой относительной погрешности калориметра

Таблица Б.3

Номер опыта (i)	Результаты измерений удельной энергии сгорания, q_i , кДж/кг	Среднее значение удельной энергии сгорания, \bar{q}_1 , кДж/кг	Среднее значение удельной энергии сгорания, \bar{q}_2 , кДж/кг	Значение удельной энергии сгорания эталонной меры, $q_{\text{эм}}$, кДж/кг	Предел допускаемой относительной погрешности $\delta_{1,0}$, %	Предел допускаемой относительной погрешности $\delta_{2,0}$, %

Б.3.4 Определение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности калориметра

Таблица Б.4

Номер опыта (i)	Результаты измерений удельной энергии сгорания, q_i , кДж/кг	Среднее значение удельной энергии сгорания, \bar{q} , кДж/кг	СКО случайной составляющей погрешности, S , %	Относительное СКО случайной составляющей погрешности, S_0 , %

Заключение по результатам поверки: _____
соответствует / не соответствует

Свидетельство № _____

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

Дата поверки " " _____

