

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

Согласовано

Директор УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

2023 г.



«ГСИ. Анализаторы карбонатности горных пород АСМ-1.

Методика поверки»

МП 86-251-2022

Екатеринбург

2023

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

2. ИСПОЛНИТЕЛЬ: зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Е.В. Вострокнутова.

3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ	4
4	ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	5
6	МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ.....	5
7	ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ ..	6
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	6
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	7
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	8
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы карбонатности горных пород АСМ-1 (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «Корэстест сервис», Россия. Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализаторов обеспечивается к ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы» посредством применения поверенных средств измерений массы.

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массовой доли кальцита и доломита, %	от 0,1 до 100
Диапазон измерений массовой доли кальцита и доломита, %	от 5,0 до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли кальцита и доломита в поддиапазоне измерений от 5,0 % до 50 % включ., %	±4,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли кальцита и доломита в поддиапазоне измерений св. 50 % до 100 %, %	±8,0

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от +15 до +25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	<ul style="list-style-type: none"> - Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +15 °C до +25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±0,7 °C, диапазон измерений относительной влажности до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ±3,0 %; - Стандартный образец состава известняка (16-11-88): аттестованное значение массовой доли оксида кальция 54,98 %, границы относительной погрешности аттестованного значения массовой доли оксида кальция (при Р=0,95) ± 0,31 %; 	<p>Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. №22129-09</p> <p>ГСО 8845-2006</p>

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	<ul style="list-style-type: none"> - Стандартный образец состава доломита (СО-6): аттестованное значение массовой доли оксида кальция 32,41 %, границы относительной погрешности аттестованного значения массовой доли оксида кальция (при $P=0,95$) $\pm 0,20 \%$; аттестованное значение массовой доли оксида магния 19,72 %, границы относительной погрешности аттестованного значения массовой доли оксида магния (при $P=0,95$) $\pm 0,32 \%$; - Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 	ГСО 7222-96 Весы электронные GX-1000, рег. №20325-06
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	<ul style="list-style-type: none"> - Стандартный образец состава известняка (16-11-88): аттестованное значение массовой доли оксида кальция 54,98 %, границы относительной погрешности аттестованного значения массовой доли оксида кальция (при $P=0,95$) $\pm 0,31 \%$; - Стандартный образец состава доломита (СО-6): аттестованное значение массовой доли оксида кальция 32,41 %, границы относительной погрешности аттестованного значения массовой доли оксида кальция (при $P=0,95$) $\pm 0,20 \%$; аттестованное значение массовой доли оксида магния 19,72 %, границы относительной погрешности аттестованного значения массовой доли оксида магния (при $P=0,95$) $\pm 0,32 \%$ 	ГСО 8845-2006 ГСО 7222-96

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;

- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Анализатор считается прошедшим операцию с положительным результатом, если при внешнем осмотре не выявлено несоответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа, отсутствуют видимые повреждения, соответствует комплектность, указанная в РЭ, соответствуют обозначения и маркировка.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Контроль условий поверки

9.1.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3. Результаты измерений температуры окружающей среды и относительной влажности должны соответствовать условиям п. 4 настоящей методики поверки.

9.2 Подготовка анализатора и стандартных образцов

9.2.1 Анализатор готовят в соответствии с РЭ. При необходимости перед проведением поверки должна быть проведена настройка анализатора в соответствии с РЭ.

9.2.2 Готовят смеси из стандартных образцов в соответствии с приложением А настоящей методики поверки.

9.3 Опробование

9.3.1 При опробовании проводят проверку работоспособности органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора: в строке команд выбирают пункт «О программе». Наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	АСМ-1
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.0.0.63
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений массовых долей кальцита и доломита

Для проверки абсолютной и относительной погрешности измерений массовых долей кальцита и доломита используют смеси, приготовленные из ГСО 8845-2006 и ГСО 7222-96 в соответствии с приложением А настоящей методики поверки.

В соответствии с РЭ на анализаторы проводят не менее двух измерений массовых долей кальцита и доломита в каждой смеси.

11.2 Проверка диапазона измерений массовых долей кальцита и доломита

Проверку диапазона измерений массовых долей кальцита и доломита проводят одновременно с проверкой абсолютной и относительной погрешности измерений массовых долей кальцита и доломита по п.11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают абсолютные погрешности измерений массовых долей кальцита ($\Delta_{\omega_{CaCO_3ij}}$, %) и доломита ($\Delta_{\omega_{CaMg(CO_3)_2ij}}$, %) в поддиапазоне измерений от 5,0 % до 50,0 % включ. в i -ой смеси для каждого j -го результата измерения, рассчитывают относительные погрешности измерений массовых долей кальцита ($\delta_{\omega_{CaCO_3ij}}$, %) и доломита ($\delta_{\omega_{CaMg(CO_3)_2ij}}$, %) в поддиапазоне измерений св. 50,0 % до 100 % в i -ой смеси для каждого j -го результата измерения по формулам:

$$\Delta_{\omega_{CaCO_3ij}} = \omega_{CaCO_3ij} - A_{CaCO_3i}, \quad (1)$$

$$\Delta_{\omega_{CaMg(CO_3)_2ij}} = \omega_{CaMg(CO_3)_2ij} - A_{CaMg(CO_3)_2i}, \quad (2)$$

$$\delta_{\omega_{CaCO_3ij}} = \frac{\omega_{CaCO_3ij} - A_{CaCO_3i}}{A_{CaCO_3i}} \cdot 100, \quad (3)$$

$$\delta_{\omega_{CaMg(CO_3)_2ij}} = \frac{\omega_{CaMg(CO_3)_2ij} - A_{CaMg(CO_3)_2i}}{A_{CaMg(CO_3)_2i}} \cdot 100, \quad (4)$$

где A_{CaCO_3i} - действительное значение массовой доли кальцита в i -ой смеси, рассчитанное по приложению А настоящей программы испытаний, %;

$A_{CaMg(CO_3)_2i}$ - действительное значение массовой доли доломита в i -ой смеси, рассчитанное по приложению А настоящей программы испытаний, %.

ω_{CaCO_3ij} - j -ый результат измерения массовой доли кальцита в i -ой смеси, %;

$\omega_{CaMg(CO_3)_2ij}$ - j -ый результат измерения массовой доли доломита в i -ой смеси, %;

$j = 1, \dots, n$, n - количество измерений.

12.4 Полученные значения абсолютной и относительной погрешности измерений массовых долей кальцита и доломита должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.5 За диапазон измерений анализатора принимают диапазон измерений массовых долей кальцита и доломита, приведенный в таблице 1, если полученные значения абсолютной и относительной погрешности измерений массовых долей кальцита и доломита, рассчитанные по формулам (1), (2), (3) и (4) удовлетворяют требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утверждаемыми действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Вострокутова Е.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Процедура приготовления смесей

A.1 Приготовление смесей с известными значениями массовых долей кальцита и доломита проводят путем смешения ГСО 7222-96 и ГСО 8845-2006 в соответствии с таблицей А.1.

A.2 Последовательность приготовления смеси №1

На чистое, сухое часовое стекло отбирают навеску ГСО 8845-2006 массой m_{1i} равной 950 мг, весы обнуляют и на тоже часовое стекло отбирают навеску ГСО 7222-96 массой m_{2i} равной 50 мг.

A.3 Рассчитывают значение массовых долей кальцита (A_{CaCO_3i} , %) и доломита ($A_{CaMg(CO_3)_2i}$, %) в приготовленной смеси i -ой смеси по формулам:

$$A_{CaCO_3i} = \frac{\left(m_{1i} \cdot \frac{A_{CaO} \cdot M_{CaCO_3}}{M_{CaO}} \right) + \left(m_{2i} \cdot M_{CaCO_3} \cdot \left(\frac{A'_{CaO}}{M_{CaO}} - \frac{A_{MgO}}{M_{MgO}} \right) \right)}{m_{1i} + m_{2i}}, \quad (A.1)$$

$$A_{CaMg(CO_3)_2i} = \left(\frac{m_{2i}}{m_{1i} + m_{2i}} \right) \cdot \left(\frac{A_{MgO} \cdot M_{CaMg(CO_3)_2}}{M_{MgO}} \right), \quad (A.2)$$

где m_{1i} - масса навески ГСО 8845-2006 для приготовления i -ой смеси, мг;

m_{2i} - масса навески ГСО 7222-96 для приготовления i -ой смеси, мг;

A_{CaO} - аттестованное значение массовой доли оксида кальция в ГСО 8845-2006, %;

A'_{CaO} - аттестованное значение массовой доли оксида кальция в ГСО 7222-96, %;

A_{MgO} - аттестованное значение массовой доли оксида магния в ГСО 7222-96, %;

M_{CaCO_3} - молярная масса карбоната кальция, равная 100,0868 г/моль;

M_{CaO} - молярная масса оксида кальция, равная 56,0774 г/моль;

$M_{CaMg(CO_3)_2}$ - молярная масса двойного карбоната кальция и магния (доломита), равная 184,4008 г/моль;

M_{MgO} - молярная масса оксида магния, равная 40,3044 г/моль.

A.4 Границы абсолютной погрешности приготовления i -ой смеси ($\Delta_{A_{CaCO_3i}}$, %, $\Delta_{A_{CaMg(CO_3)_2i}}$, %) рассчитывают по формулам:

$$\Delta_{A_{CaCO_3i}} = \pm 1,1 \cdot A_{CaCO_3i} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_m}{m_{1i}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m_{2i}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_{CaO}}{A_{CaO}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta'_{CaO}}{A'_{CaO}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_{MgO}}{A_{MgO}} \right)^2}, \quad (A.3)$$

$$\Delta_{A_{CaMg(CO_3)_2i}} = \pm 1,1 \cdot A_{CaMg(CO_3)_2i} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_m}{m_{1i}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m_{2i}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_{MgO}}{A_{MgO}} \right)^2}, \quad (A.4)$$

где A_{CaCO_3i} - действительное значение массовой доли кальцита в i -ой смеси, %;

m_{1i} - масса i -ой навески ГСО 8845-2006, мг;

m_{2i} - масса i -ой навески ГСО 7222-96, мг;

Δ_m - абсолютная погрешность весов I (специального) класса точности, мг;

Δ_{CaO} - погрешность аттестованного значения массовой доли оксида кальция в ГСО 8845-2006, %;

A_{CaO} - аттестованное значение массовой доли оксида кальция в ГСО 8845-2006, %

Δ'_{CaO} - погрешность аттестованного значения массовой доли оксида кальция в ГСО 7222-96, %;

A'_{CaO} - аттестованное значение массовой доли оксида кальция в ГСО 7222-96, %;

A_{MgO} - аттестованное значение массовой доли оксида магния в ГСО 7222-96, %;

Δ_{MgO} - погрешность аттестованного значения массовой доли оксида магния ГСО 7222-96, %;

А.5 Оставшиеся смеси с известными значениями массовых долей кальцита и доломита проводят путем смешения ГСО 7222-96 и ГСО 8845-2006 аналогично, в соответствии с таблицей А.1. Рассчитывают значение массовых долей кальцита (A_{CaCO_3i} , %) и доломита ($A_{CaMg(CO_3)_2i}$, %) в приготовленных смесях по формулам (А.1) и (А.2).

Таблица А.1 - Значения масс навесок ГСО 8845-2006 и ГСО 7222-96 для приготовления смесей с известными значениями массовых долей кальцита и доломита

№ смеси	Масса навески ГСО 8845-2006 для приготовления <i>i</i> -ой смеси, m_{1i} , мг	Масса навески ГСО 7222-96 для приготовления <i>i</i> -ой смеси, m_{2i} , мг	Действительное значение массовой доли кальцита и доломита в <i>i</i> -й смеси, %		Границы абсолютной погрешности приготовления <i>i</i> -ой смеси, %	
			A_{CaCO_3i}	$A_{CaMg(CO_3)_2i}$	A_{CaCO_3i}	$A_{CaMg(CO_3)_2i}$
1	940	60	92,8	5,4	1,9	0,1
2	800	200	80,3	18,0	1,6	0,3
3	500	500	53,5	45,1	1,1	0,8
4	200	800	26,7	72,2	0,5	1,3
5	0	1000	8,9	90,2	0,2	1,6

Примечание: при расчете принимали, что

- ГСО 7222-96 имеет аттестованное значение массовой доли оксида кальция 32,41 % и аттестованное значение массовой доли оксида магния 19,72 %;
- ГСО 8845-2006 имеет аттестованное значение массовой доли оксида кальция 54,98 %;
- в случае использование стандартных образцов с другими аттестованными значениями, действительные значения кальцита и доломита в приготовленных смесях определяют по формулам (А.1) и (А.2);
- границы абсолютной погрешности приготовления смесей рассчитывают по формулам (А.3) и (А.4).