

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИЛИАЛ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМЕНИ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

УТВЕРЖДАЮ

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



С.В. Медведевских

2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы содержания железа ChemScan mini Fe Analyzer
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 35-241-2020

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Сергеева А.С.

**3 УТВЕРЖДЕНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева» в 2020 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы содержания железа ChemScan mini Fe Analyzer Методика поверки	МП 35-241-2020
--	-----------------------

Дата введения: 2020 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания железа ChemScan mini Fe Analyzer (далее - анализаторы) производства фирмы «ChemScan, Inc.», США и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

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

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка погрешности измерений массовой концентрации железа	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации железа	8.3.2	да	нет

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки анализаторов, используемых на меньшем числе поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца анализаторов, оформленного в произвольной форме.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец массовой концентрации ионов железа (III), массовая концентрация от 0,95 до 1,05 мг/см³, относительная погрешность $\pm 1,0\%$ (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 7254-96);

- пипетки мерные по ГОСТ 29227;

- колбы мерные по ГОСТ 1770.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 85

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Подготовить стандартный образец утвержденного типа (далее – ГСО), предусмотренный в качестве средства поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения аттестованных растворов на основе ГСО. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ChemScan
Номер версии ПО, не ниже	1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка погрешности измерений массовой концентрации железа

Проверку погрешности массовой концентрации железа провести с использованием аттестованных растворов на основе ГСО, приготовленных в соответствии с Приложением А.

Провести не менее пяти измерений массовой концентрации железа в не менее, чем в двух точках каждого поддиапазона измерений, соответствующих началу и концу поддиапазона измерений.

Рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j), абсолютную (Δ_j) и относительную (δ_j) погрешности измерений массовой концентрации железа по формулам:

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

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$\Delta_j = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + \sqrt{\left[(\bar{X}_j - A_j) + \Delta A_j \right]^2}}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{\left[(\bar{X}_j - A_j) + \Delta A_j \right]^2}{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\left[(\bar{X}_j - A_j) + \Delta A_j \right]^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}}, \quad (3)$$

$$\delta_j = \frac{\Delta_j}{A_j} \cdot 100, \quad (4)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой концентрации железа в j -ом аттестованном растворе, мг/дм³;

A_j – расчетное значение массовой концентрации железа в j -ом аттестованном растворе (Приложение А), мг/дм³;

ΔA_j – абсолютная погрешность массовой концентрации железа в j -ом аттестованном растворе (Приложение А), мг/дм³;

t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равен 2,78 для $n = 5$ $P = 0,95$;

n – количество измерений.

Полученные значения погрешности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой концентрации железа

Проверку диапазона измерений массовой концентрации железа провести одновременно с проверкой погрешности по 8.3.1 (провести измерения в начале и в конце каждого поддиапазона измерений массовой концентрации железа).

Полученные значения диапазона измерений массовой концентрации железа должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации железа, мг/дм ³	от 0,01 до 5,00
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации железа, мг/дм ³ , в поддиапазоне от 0,01 до 1,00 мг/дм ³ включ.	± 0,02
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации железа, %, в поддиапазоне св.1,00 до 5,00 мг/дм ³	± 2

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

С.н.с. лаб.241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Сергеева А.С.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления аттестованных растворов

А.1 Аттестованные растворы готовят путем последовательного разбавления стандартного образца с массовой концентрацией ионов железа от 0,95 до 1,05 мг/см³ (далее – ГСО).

А.2 Порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО или раствора в соответствии с таблицей А.1, доведения колбы до метки дистиллированной водой и тщательном перемешивании содержимого колбы.

Растворы применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

Таблица А.1 - Процедура приготовления аттестованных растворов

Наименование АС	Объем аликвоты $V_{al,j}$, см ³	Объем мерной колбы $V_{mk,j}$, см ³	Аттестованное (расчетное) значение массовой концентрацией железа ¹ , A_j , мг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного (расчетного) значения ² , $\pm \Delta A_j$, мг/дм ³	Относительная погрешность аттестованного (расчетного) значения ³ , $\pm \delta A_j$, %
ГСО 7254-96	-	-	1000	10	1,00
Раствор №1, готовится из ГСО 7254-96	10	2000	5,000	0,054	1,08
Раствор №2, готовится из раствора №1	400	2000	1,000	0,011	1,09
Раствор №3, готовится из раствора №2	200	2000	0,1000	0,0011	1,10
Раствор №4, готовится из раствора №3	200	2000	0,01000	0,00011	1,11

Примечания

¹Расчетное значение массовой концентрации железа (A_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$A_j = \frac{V_{al,j} A_{j-1}}{V_{mk,j}}, \quad (A.1)$$

где $V_{al,j}$ - объем аликвоты ГСО или аттестованного раствора, используемого для приготовления, см³; $V_{mk,j}$ - объем мерной колбы, см³; A_{j-1} - аттестованное (расчетное)

значение массовой концентрации железа в ГСО или аттестованном растворе, используемом для приготовления, мг/дм³.

²Погрешность расчетного значения массовой концентрации железа (ΔA_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$\Delta A_j = 1,1 A_j \sqrt{\left(\frac{\Delta V_{al,j}}{V_{al,j}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{mk,j}}{V_{mk,j}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A_{j-1}}{A_{j-1}}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где $\Delta V_{al,j}$, $\Delta V_{mk,j}$ - характеристики погрешности используемой мерной посуды, см³;

ΔA_{j-1} - погрешность аттестованного (расчетного) значения массовой концентрации железа в ГСО или аттестованном растворе, используемом для приготовления, мг/дм³.

³ Относительную погрешность расчетного значения массовой концентрации железа (δA_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$\delta A_j = \frac{\Delta A_j \cdot 100}{A_j}. \quad (\text{A.3})$$