



прДСТУ _____:20__

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:20__

Метрологія

Методика повірки

АНАЛІЗАТОРИ НІТРОГЕНУ ТА ПРОТЕЇНУ

(Проект, перша редакція)

Київ

20__

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО „ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ, СЕРТИФІКАЦІЇ ТА ЗАХИСТУ ПРАВ СПОЖИВАЧІВ” (ДП „УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ”)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від _____ 20__ р. № _____ з 20__ - ____ - ____

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 20__

ЗМІСТ

		С.
	Вступ	
1	Сфера застосування.....	1
2	Нормативні посилання.....	2
3	Терміни та визначення понять.....	3
4	Позначки та скорочення.....	4
5	Операції повірки	5
6	Засоби повірки	6
7	Вимоги до кваліфікації персоналу	8
8	Умови проведення повірки	8
9	Вимоги щодо безпеки	9
10	Підготовка до проведення повірки	10
11	Проведення повірки	11
12	Обробка результатів вимірювання	14
13	Оформлення результатів повірки	16
Додаток А	(обов'язковий) Основні характеристики АСЗ.....	18
Додаток Б	(обов'язковий) Форма протоколу повірки.....	20
Додаток Б	(довідковий) Бібліографія.....	21

ВСТУП

Цей стандарт застосовують для повірки законодавчо регульованих засобів виміральної техніки – аналізаторів нітрогену та протеїну, що перебувають в експлуатації.

Аналізатори нітрогену та протеїну призначені для визначення вмісту нітрогену та протеїну у пробах біологічних матеріалів та неорганічних речовин за методом Кьельдаля або Дюма, відповідно до вимог чинних нормативних документів, експлуатаційних документів на аналізатори або стандартизованих (атестованих) у встановленому порядку методик вимірювання, згідно з якими використовують аналізатор. Аналіз виконується автоматично (напівавтоматично) під керуванням програмного забезпечення.

У цьому стандарті для повірки аналізаторів нітрогену та протеїну застосовують метод прямих вимірювань значень масової частки нітрогену і протеїну у атестованих стандартних зразках складу речовин і матеріалів.

Аналізатори повіряють за місцем експлуатації.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія

Методика повірки

АНАЛІЗАТОРИ НІТРОГЕНУ ТА ПРОТЕЇНУ

Metrology

Verification procedure

ANALYZERS OF NITROGEN AND PROTEIN

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на аналізатори нітрогену та протеїну (далі – аналізатори) та встановлює методику їх повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип засобів вимірювальної техніки), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки.

1.4 Під час повірки аналізаторів необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на аналізатори та засоби повірки, які зазначені в розділі 6 цього стандарту.

1.5 Міжповірочний інтервал аналізаторів – 1 рік відповідно до [5].

1.6 Повірка аналізаторів, які не застосовують у сфері законодавчо регульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки повірки аналізаторів викладено в розділі 9 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 7230:2011 Метрологія. Секундоміри механічні. Методика повірки (калібрування)

ДСТУ 7239:2011 Система стандартів безпеки праці. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 ССБП. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ ГОСТ 5583:2009 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия (ГОСТ 5583-78 (ИСО 2046-73), IDT)

ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення

ДСТУ EN 45501:2016 Метрологічні аспекти неавтоматичних зважувальних приладів (EN 45501:2015, IDT)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 36:1987, IDT)

ДСТУ ISO 80000-9:2016 Величини та одиниці. Частина 9. Фізична хімія і молекулярна фізика (ISO 80000-9: 2009; ISO 80000-9: 2009/Amd1:2011, IDT)

ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008 Метрологія. Стандартні зразки. Зміст сертифікатів і етикеток (ISO Guide 31:2000, IDT)

ДСТУ-Н ISO/IEC Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT)

ДСТУ OIML D 8:2008 Метрологія. Еталони. Вибір, визнання, застосування, зберігання та документація (OIML D 8:2004, IDT)

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки (OIML D 23:1993, IDT)

Примітка 1. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни, наведені в Законі України [1].

Нижче подано терміни, додатково вжиті у цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 аналізатор нітрогену та протеїну

Засіб вимірювальної техніки, що забезпечує виконання усіх стадій визначення вмісту нітрогену (протеїну) у пробі матеріалу за методом К'ельдаля або Дюма. Аналізатор одночасно вимірює вміст

нітрогену та перераховує його у вміст протеїну з використанням відповідного коефіцієнта, який залежить від визначуваного матеріалу.

У якості вмісту нітрогену (протеїну) використовують масову частку нітрогену (протеїну) у аналізованому матеріалі, виражену у відсотках.

3.2 метод К'єльдаля

Метод визначення нітрогену у пробі речовини або матеріалу з використанням титрування

3.3 метод Дюма

Метод визначення нітрогену у пробі речовини або матеріалу спалюванням проби

3.4 атестований стандартний зразок (*certified reference material, CRM, [25]*) речовини або матеріалу

Стандартний зразок (*reference material, RM [25]*) речовини або матеріалу з встановленим атестованим значенням масової частки нітрогену (протеїну) та невизначеністю атестованого значення.

4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

У цьому стандарті використовують наступні скорочення:

ЕД – експлуатаційні документи;

ЗВТ – засоби вимірювальної техніки;

МХ – метрологічна характеристика;

ПЗ – програмне забезпечення;

В – позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор нітрогену або протеїну у CRM;

CRM – сертифікований референтний матеріал;

J – позначка кількості CRM;

j – позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор конкретного CRM;

i – позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор паралельного виміру.

У цьому стандарті вжито позначення одиниць фізичних величин згідно з [3] та ДСТУ ISO 80000-9.

5 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

5.1 Під час проведення повірки аналізаторів (далі – повірка) виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Ч.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час повірки після ремонту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки
1	2	3	4	5
1	Зовнішній огляд	11.1	Так	Так
2	Перевірка працездатності	11.2	Так	Так
2.1	Перевірка електричного опору ізоляції*	11.2.2	Так	Так
2.2	Перевірка функціонування	11.2.3	Так	Так
3	Визначення метрологічних характеристик	11.3	Так	Так

Кінець таблиці 1

1	2	3	4	5
3.1	Перевірка основної абсолютної похибки аналізатора	11.3.1, 12.2	Так	Так
3.2	Перевірка основного середнього квадратичного відхилу (СКВ) результатів вимірювання масової частки нітрогену (протеїну)	11.3.2, 12.3	Так	Так
*Проводять, якщо ЕД на аналізатори містить вимоги до електричного опору ізоляції. **Операцію виконують, якщо границя допустимого СКВ нормована в ЕД.				

5.2 У випадку отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, аналізатор визнається не придатним до застосування.

Примітка 2. У випадку проведення експертної повірки перелік операцій повірки може бути скорочений згідно з [2].

6 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

6.1 Перелік еталонів, засобів повірки та допоміжного обладнання, а також операції повірки (пункти цього стандарту), під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт(и) стандарту	Назва еталона (стандартних зразків), метрологічні характеристики
10.4 11.3	CRM речовини або матеріалу зі встановленим атестованим значенням масової частки нітрогену (протеїну) та розширеною невизначеністю U атестованого значення за довірчої ймовірності $P = 0,95$ (Наприклад, в додатку А цього стандарту наведено характеристики АСЗ, які, відповідно до вимог чинних нормативних документів, експлуатаційних документів на аналізатори або стандартизованих (атестованих) у встановленому порядку методик вимірювання, згідно з якими використовують аналізатор, можна використовувати під час повірки за цим стандартом)

Таблиця 3 – Засоби повірки, допоміжне обладнання, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Засоби повірки, допоміжне обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
Розділ 8	Термогігрометр, що забезпечує абсолютну похибку при вимірюванні температури ± 1 °C та абсолютну похибку при вимірюванні відносної вологості ± 3 % (наприклад, Testo 608-HI)
11.2.2	Мегаомметр М 4100/3 згідно з [23], з діапазоном вимірювання від 0 МОм до 100 МОм та вихідною напругою (500 \pm 50) В
Розділ 8	Барометр-анероїд згідно з [22]
11.2.2	Секундомір згідно з ДСТУ 7230
10.4	Ваги 1 класу точності, найбільша границя зважування 220 г згідно з ДСТУ EN 45501
10.2	Кисень згідно з ДСТУ ГОСТ 5583 чистоти не менш ніж 99,99 % у балоні під тиском (аналізатори за методом Дюма)
10.2	Гелій згідно з [24] чистоти не менш ніж 99,99 % у балоні під тиском або діоксид вуглецю згідно з [21] чистоти не менш ніж 99,99 % у балоні під тиском (аналізатори за методом Дюма)
10.4	Подрібнювач відповідно до характеру проби
10.4	Тиглі (наприклад, з нержавіючої сталі, кварцу, кераміки, платини)

6.2 Дозволяється застосування інших еталонів та засобів повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

Примітка 3. Співвідношення між розширеною невизначеністю вимірювань за довірчої ймовірності 0,95, що забезпечує CRM та максимально допустимою похибкою аналізаторів, що підлягають повірці, становить не менше ніж 1:3.

Примітка 4. Засоби повірки повинні мати чинні свідоцтва про повірку або сертифікати/свідоцтва про калібрування.

Примітка 5. CRM, повинні мати встановлені значення властивостей з відповідними невизначеностями результатів вимірювань та простежуваністю відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 35, супроводжуючи їх документами відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 31, з чинними строками застосування.

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

7.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки аналізаторів, повинен відповідати вимогам [4].

7.2 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки аналізаторів, повинен вивчити порядок роботи з аналізаторами, ЕД на аналізатори, і ЕД на засоби повірки та правила техніки безпеки на робочому місці.

8 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

Повірку проводять за таких умов:

– температура навколишнього повітря – від $(15 \pm 1) ^\circ\text{C}$ до $(25 \pm 1) ^\circ\text{C}$;

- відносна вологість повітря – від 50 % до 80 %;
 - атмосферний тиск – від 86 кПа до 104 кПа;
 - напруга живлення мережі змінного струму – від 187 В до 242 В;
 - частота 50 Гц;
 - вміст агресивних і токсичних компонентів у повітрі робочої зони
- в межах санітарних норм згідно з [14].

Умови проведення повірки документують у протоколі повірки (додаток Б цього стандарту).

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час проведення повірки необхідно дотримувати вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, а також вказівок щодо техніки безпеки, наведених в ЕД на засоби повірки.

9.2 Приміщення, в яких виконують повірку, повинні бути обладнані пожежною сигналізацією відповідно до [8] та забезпечені первинними засобами пожежогасіння згідно з [12] і [18].

9.3 Обладнання у лабораторних приміщеннях повинно бути заземлене та захищене від статичної електрики згідно з вимогами [12], [17], [18] та [19].

9.4 Приміщення, де виконують роботи з повірки, повинно бути обладнане витяжною вентиляцією згідно з [10] та ДСТУ БА.3.2-12, водопровідною системою та каналізацією згідно з [9].

9.5 Приміщення, де виконують роботи з повірки обладнують системою конденсації повітря.

9.6 Під час повірки треба використовувати засоби індивідуального захисту згідно з ДСТУ 7239 та дотримуватись вимог [12] і [15].

9.7 Балони, що застосовують під час повірки, потребують обережного поводження під час використання та зберігання згідно з [10].

9.8 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії аналізаторів і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

9.9 Процес проведення повірки належить до робіт зі шкідливими умовами праці.

10 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

10.1 Перед проведенням повірки необхідно:

– пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих аналізаторів, що введені в обіг після набуття чинності технічного регламенту [6] або свідоцтва про попередню повірку, відбитка повірочного тавра тощо;

– перевірити наявність ЕД;

– витримати аналізатори за температури приміщення, в якому буде проведено повірку, до вирівнювання їхньої температури з температурою приміщення, але не менше двох годин.

10.2 Проводять підготовку аналізаторів та допоміжного обладнання до роботи згідно з ЕД. та (за наявності) з відповідними методиками вимірювання, стандартизованими (атестованими) у встановленому порядку.

За потреби, проводять підготовку до роботи балонів, що застосовують під час повірки.

10.3 Проводять градування аналізаторів, якщо це передбачено відповідною документацією.

10.4 Вибирають CRM складу речовин та матеріалів, для аналізу яких використовують аналізатор відповідно до вимог чинних нормативних документів, експлуатаційних документів на аналізатори або стандартизованих (атестованих) у встановленому порядку методик вимірювання, згідно з якими використовують аналізатор, з встановленими атестованими значеннями масової частки нітрогену (протеїну), які відповідають першій, другій та третій третинам діапазону вимірювання аналізатора.

Проводять підготовку CRM до роботи відповідно до рекомендацій виробників CRM, подрібнюють за потреби.

За потреби, зважують не менше ніж 0,1 г аналізованої проби CRM і поміщають в тигель.

11 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

11.1 Зовнішній огляд

11.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

11.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено:

– відсутність зовнішніх пошкоджень, які заважають нормальному функціонуванню аналізаторів, або призводять до порушень вимог безпеки праці, виробничої санітарії і охорони навколишнього середовища;

прДСТУ____: 20__

- комплектність аналізаторів забезпечує можливість проведення повірки;
- аналізатор розміщено на робочій поверхні столу у відповідності до вимог ЕД;
- надійність кріплення складових частин аналізатора, надійність контактних з'єднань;
- відповідність версії ПЗ аналізатора з даними, встановленими під час оцінки відповідності.

11.1.3 Результати зовнішнього огляду документують в протоколі повірки.

11.2 Перевірка працездатності

11.2.1 Перед проведенням повірки необхідно забезпечити наявність заземлення для всіх засобів повірки згідно з ЕД на них.

Примітка 6. Всі процедури, пов'язані з перевіркою працездатності та під час визначення МХ аналізаторів, виконують згідно з ЕД.

Для перевірки працездатності здійснюють такі операції:

- перевірка електричного опору ізоляції;
- перевірка функціонування.

11.2.2 Перевірку електричного опору ізоляції виконують таким чином.

Підключають мегаомметр до клеми “Земля” та до закорочених контактів кабелю живлення аналізатора, що повіряють. Вимикач живлення аналізатора при цьому повинен знаходитись у положенні «Увімкнено». Через одну хвилину після прикладення випробувальної напруги фіксують покази мегаомметра.

Покази мегаомметра повинні становити не менше, ніж 20 МОм (або іншого значення, нормованого в ЕД на аналізатори).

Примітка 7. Перевірка проводиться за умов наявності в ЕД на аналізатори відповідних вимог та порядку перевірки електричного опору ізоляції і може бути уточнена відповідно до ЕД на аналізатори конкретного типу.

11.2.3 Перевірка функціонування

11.2.3.1 Вмикають аналізатор та спостерігають індикацію про виконання процедури включення та самодіагностики (за наявністю) на відліковому пристрої.

11.2.3.2 Перевіряють наявність індикації інформації для відповідних режимів роботи аналізатора в режимах вимірювання, передбачених ЕД.

11.2.3.3 Результат перевірки функціонування аналізаторів вважають позитивним, якщо індикація про ввімкнення аналізатора наявна, а для всіх режимів роботи (у тому числі, режиму самодіагностики) результати виконання передбачених ЕД процедур належним чином відображаються на відліковому пристрої аналізатора.

11.2.4 Результати перевірки працездатності документують в протоколі повірки.

Примітка 8. Порядок перевірки працездатності може бути скорегований відповідно до ЕД на конкретний аналізатор.

11.3 Визначення метрологічних характеристик аналізаторів

11.3.1 Перевірка абсолютної похибки аналізатора

11.3.1.1 Проводять вимірювання масової частки нітрогену (протеїну) ω_{Bj} , у відсотках, у кожному j -му CRM ($j = 1, 2 \dots J$), підготовленому за 10.4.

11.3.1.2 Отримують n ($n = 10$, якщо під час повірки оцінюють СКВ) результатів одиничних визначень масової частки нітрогену (протеїну) ω_{Bji} , ($i = 1, 2, \dots n$) для кожного j -го CRM, в умовах збіжності відповідно до ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-1.

Примітка 9. Результатом вимірювання є середнє арифметичне декількох результатів n одиничних (паралельних) визначень, або результат одного визначення ($n = 1$) в залежності від того, як це встановлено ЕД та методикою вимірювання.

Результати визначень масової частки нітрогену (протеїну) ω_{Bj} , у відсотках, у j -му CRM, для обраного матеріалу або речовини документують у протоколі повірки.

Вимірювання виконують за кожним матеріалом або речовиною в залежності від призначення аналізатора.

11.3.2 *Перевірка основного середнього квадратичного відхилення (СКВ) результатів вимірювання масової частки нітрогену (протеїну)*

СКВ результату вимірювання S_{Bj} масової частки нітрогену (протеїну) у j -му CRM на аналізаторі визначають за результатами десяти вимірювань нітрогену (протеїну), отриманими за 11.3.1.2 для кожного j -го CRM.

12 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

12.1 Для кожного j -го CRM обчислюють середнє арифметичне значення нітрогену (протеїну) $\bar{\omega}_{Bj}$, у відсотках, n результатів визначень масової частки нітрогену (протеїну), отриманих згідно з 11.3.1.2, за формулою:

$$\bar{\omega}_{Bj} = \frac{\sum_{i=1}^n \omega_{Bj^i}}{n}, \quad (1)$$

де ω_{Bji} – i – й результат вимірювання нітрогену (протеїну) у j -му CRM, %;

12.2 Основну абсолютну похибку аналізатору Δ_{Bj} , у відсотках, під час вимірювання нітрогену (протеїну) для j -го CRM, оцінюють за формулою:

$$\Delta_{Bj} = \bar{\omega}_{Bj} - \omega_{Bjref} \quad (2)$$

де ω_{Bjref} – атестоване значення масової частки нітрогену (протеїну) для j -го CRM, %.

12.3 Для кожного j -го CRM обчислюють експериментальний СКВ результатів вимірювання нітрогену (протеїну) S_{Bj} , за формулою:

$$S_{Bj} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (\omega_{Bji} - \bar{\omega}_{\hat{A}j})^2}{9}} \quad (3)$$

Результати визначення абсолютної похибки аналізатора та відносного СКВ результатів вимірювання нітрогену (протеїну) речовин та матеріалів для всіх перевірених точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення (для похибки – за модулем) не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 10. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення абсолютної похибки аналізатора та СКВ результату вимірювання нітрогену (протеїну) речовин та матеріалів для всіх перевірених точок діапазону вимірювання не перевищують

прДСТУ____: 20__

(для похибки – за модулем) максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

Результати вимірювань та розрахунків документують у протоколі повірки.

13 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

13.1 Результати повірки аналізаторів вважають позитивними, якщо їх метрологічні і технічні характеристики відповідають вимогам, встановленим під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 11. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо їх МХ не перевищують границі допустимих значень, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

13.2 Позитивні результати повірки аналізаторів засвідчують оформленням свідоцтва про повірку аналізаторів за формою згідно з додатком 2 до [2].

13.3 У разі негативних результатів анулюють свідоцтво про повірку та оформлюють довідку про непридатність аналізатора за формою згідно з додатком 4 до [2].

13.4 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця.

У висновку зазначаються результати повірки аналізаторів в обсязі, визначеному в заяві на проведення експертної повірки.

13.5 За результатами інспекційної перевірки складають довідку згідно з додатком 5 до [2], яку підписує персонал, що проводив перевірку, та керівник організації виконавця.

Додаток А
(обов'язковий)

ОСНОВНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ CRM

Таблиця А.1 – Основні характеристики CRM

Реєстраційний номер та найменування CRM	Назва атестованої характеристики	Інтервал, в якому знаходиться атестоване значення масової частки, %	Розширена невизначеність атестованого значення за довірчої ймовірності $P = 0,95, \%$
1	2	3	4
ГСО 9655-2010 – CRM складу етилендіамін-тетраоцтової кислоти *	Масова частка етилендіамінтетраоцтової кислоти	від 99,70 до 100,00	$\pm 0,05$
ГСО 2960-84 – CRM складу Трилону Б **)	Масова частка Трилону Б	від 99,70 до 100,00	$\pm 0,05$
ДСЗУ 183.1-2010 – Державний стандартний зразок вмісту протеїну у зерні	Масова частка нітрогену у висушеному за температури 130 °С зерні, %	від 1,404 до 3,158	$\pm 0,044$
	Масова частка протеїну у висушеному за температури 130 °С зерні (розрахована за масовою часткою нітрогену), %	від $K^{***} \cdot 1,404$ до $K \cdot 3,158$	$\pm K \cdot 0,044$

Кінець таблиці А.1

1	2	3	4
МСО 1782-12 CRM зерна та продуктів його переробки	Масова частка нітрогену, (у перерахунку на абсолютно суху речовину), %	від 1,00 до 2,50	± 0,04
		від 2,50 до 5,00	± 0,05
		від 5,00 до 8,00	± 0,06
	Масова частка протеїну (у перерахунку на абсолютно суху речовину), %	від 5,00 до 16,00	± 0,25
		від 16,0 до 31,0	± 0,3
		від 31,00 до 50,00	± 0,35
11.4_UMTS_wheatP...	Масова частка протеїну у висушеному за температури 130 °С зерні, %	від 8,00 до 18,00	± (0,25 – 0,50)
11.4_UMTS_barP...	Масова частка протеїну у висушеному за температури 130 °С зерні, %	від 8,00 до 18,00	± (0,25 – 0,50)
11.4_UMTS_cornP...	Масова частка протеїну у висушеному за температури 130 °С зерні, %	від 8,00 до 18,00	± (0,25 – 0,50)
11.4_UMTS_soyaP...	Масова частка протеїну у висушеному за температури 130 °С насінні, %	від 30,00 до 50,00	± (0,25 – 0,60)

* Масову частку нітрогену в етилендіамінтетраоцтовій кислоті розраховують за формулою «масова частка нітрогену, у відсотках дорівнює масовій частці етилендіамінтетраоцтової кислоти, у відсотках, яка помножена на 0,0959». Значення границь абсолютної похибки масової частку нітрогену становить ± 0,0048 %.

** Масову частку Нітрогену в Трилоні Б (дігідраті натрієвої солі етилендіамінтетраоцтової кислоти) розраховують за формулою «масова частка нітрогену, у відсотках дорівнює масовій частці Трилону Б, у відсотках, яка помножена на 0,075». Значення границь абсолютної похибки масової частку нітрогену становить ± 0,0038 %.

*** К – коефіцієнт для перерахунку значення масової частки нітрогену на значення масової частки протеїну (згідно з [20] К = 5,7).

ДОДАТОК Б

(обов'язковий)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ

<i>Підприємство, яке проводить повірку</i>	ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № від " " _____ 20__ р.	<i>Робоче місце</i>
<i>Адреса</i>		
<i>(Відділ, лабораторія)</i>		Сторінки 1/1

Загальні відомості

Тип аналізатора		Зав. №	
Виробник			
Належить			
Діапазон вимірювання масової частки азоту (протеїну), %			
Границі допустимої основної похибки аналізатора			
Повірка проводилась відповідно до	ДСТУ ____ :20__		
CRM, що застосовувались під час повірки: сертифікат, чинність			
Умови повірки			
$T, ^\circ\text{C}$		$\varphi, \%$	$P, \text{кПа}$

Результати повірки

1 Зовнішній огляд	<i>відповідає/не відповідає</i>
2 Перевірка працездатності	<i>відповідає/не відповідає</i>
3 Визначення метрологічних характеристик	

3.1 Визначення основної абсолютної похибки аналізатора та СКВ результатів вимірювання нітрогену (протеїну) речовин та матеріалів

Значення CRM		Покази аналізатора		Абсолютної похибки аналізатора				Значення СКВ	
<i>азот</i> $\omega_{jref},$ %	<i>протеїн</i> $\omega_{jref},$ %	<i>азот</i> $\omega_{ji}, \%$	<i>протеїн</i> $\omega_{ji}, \%$	<i>азот</i> ω		<i>протеїн</i> ω		<i>азот</i> $S_j, \%$	<i>протеїн</i> $S_j, \%$
				$\bar{\omega}_j, \%$	$\Delta_j, \%$	$\bar{\omega}_j, \%$	$\Delta_j, \%$		

Висновок за результатами повірки:

Визнається *придатним/непридатним* та *допускається/не допускається* до застосування

Особа, яка виконала
повірку

Підпис

П.І.Б.

ДОДАТОК В
(довідковий)
БІБЛІОГРАФІЯ

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» від 05 червня 2014 № 1314-VII

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408

3 Про затвердження визначень основних одиниць SI, назв та визначень похідних одиниць SI, десяткових кратних і частинних від одиниць SI, дозволених позасистемних одиниць, а також їх позначень та Правил застосування одиниць вимірювання і написання назв та позначень одиниць вимірювання і символів величин. затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 04 серпня 2015 року N 914, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 25 серпня 2015 року за N 1022/27467

4 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

5 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

6 Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, затверджений постановою Кабінету Міністрів України від 13 січня 2016 р. № 94

7 ДБН В.2.5-56-2014 Системи протипожежного захисту

8 ДБН В.2.5-64:2012 Внутрішній водопровід та каналізація

9 ДБН В.2.5-67:2013 Опалення, вентиляція та кондиціонування

10 ДНАОП 0.00-1.07-94 Правила будови та безпечної експлуатації посудин, що працюють під тиском, затверджені наказом Комітету по нагляду за охороною праці України від 18.10.94 N 104

11 НАПБ А.01.001-2014 Правила пожежної безпеки в Україні, затверджено наказом Міністерства внутрішніх справ України від 30.12.2014 № 1417, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 05.03.2015 за № 252/26697

12 НПАОП 40.1-1.01-97 Правила безпечної експлуатації електроустановок

13 НПАОП 73.1-1.11-12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях

14 ГОСТ 12.1.005-88 (2001) Система стандартів безпеки праці. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

15 ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартів безпеки праці. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

16 ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

17 ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

18 ГОСТ 12.1.030-81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление

19 ГОСТ 12.4.124-83 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

20 ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка

21 ТУ 6-02-7-101-86 Двуокись углерода, диоксид углерода, углекислый газ, углекислота. CO₂ балонный. Основные физические и химические свойства. Чистота. Опасность

22 ТУ 25-11.1513-79 Барометр-анероїд. Технические условия

23 ТУ 25-042131-78 Мегаомметр М 4100/3. Технические условия

24 ТУ 0271-001-45905715-2016 Гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты

25 BIPM. International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM)

прДСТУ____: 20__

Код УКНД 17.020

Ключові слова: методика повірки, аналізатори, масова частка, метод К'єльдаля, метод Дюма, середньо квадратичний відхил (СКО).
