



прДСТУ _____:20__

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:20__

Метрологія

Методика повірки

ПРИЛАДИ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧКИ

ЗАМЕРЗАННЯ МОЛОКА

(Проект, перша редакція)

Київ

20__

прДСТУ _____ 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	15
Додаток А (обов'язковий) Методика приготування CRM.....	17
Додаток Б (обов'язковий) Форма протоколу повірки.....	21
Додаток В (довідковий) Бібліографія.....	22

ВСТУП

Цей стандарт застосовують для повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – приладів для визначення точки замерзання молока, що перебувають в експлуатації.

Прилади для визначення точки замерзання молока призначені для визначення точки замерзання молока термісторним кріоскопічним методом відповідно до вимог чинних нормативних документів, експлуатаційних документів на прилади або стандартизованих (атестованих) у встановленому порядку методик вимірювання, згідно з якими використовують ці прилади.

У цьому стандарті для повірки приладів для визначення точки замерзання молока застосовують метод прямих вимірювань точки замерзання стандартних зразків суміші складу розчину хлориду натрію, приготованих за методикою, яка наведена у додатку А цього стандарту та атестованих за показником «точка замерзання» з використанням довідкових даних [25].

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія

Методика повірки

ПРИЛАДИ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ТОЧКИ ЗАМЕРЗАННЯ МОЛОКА

Metrology

Verification procedure

DEVICES FOR DETERMINATION OF THE FREEZING POINT OF MILK

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на прилади для визначення точки замерзання молока (далі – прилади) 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 приладів необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на прилади та засоби повірки, які зазначені в розділі 6 цього стандарту.

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

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

1.7 Вимоги щодо безпеки повірки приладів 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 Б А.3.2-12:2009 ССБП. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ ГОСТ 30562:2003 Молоко. Визначення точки замерзання. Термісторний кріоскопічний метод

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 точка замерзання молока

Величина в градусах Цельсія, за допомогою якої визначають наявність доданої в молоко води

3.2 термісторний кріоскопічний метод

Метод, суть якого полягає в тому, що пробу молока охолоджують у ванні приладу до заданої температури (залежно від приладу), викликають його кристалізацію за допомогою механічної вібрації, після чого швидко підвищують температуру до плато (температура залишається постійною не менше ніж 20,000 с, з допустимим відхиленням $\pm 0,001$ °C), що відповідає точці замерзання проби. Плато показує точку замерзання молока у градусах Цельсія

3.3 атестований стандартний зразок (*certified reference material, CRM*, [27]) суміші складу розчину хлориду натрію

Суміш складу розчину хлориду натрію (*reference material, RM* [27]), яку готують за використання довідкових даних [25], згідно з методикою, яку наведено у додатку А цього стандарту, зі встановленим, атестованим за показником «точка замерзання», значенням 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;

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 приладів (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	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
3.1	Перевірка основної абсолютної похибки приладу	11.3.1, 12.2	Так	Так
*Проводять, якщо ЕД на аналізатори містить вимоги до електричного опору ізоляції.				

5.2 У випадку отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, прилад 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 (стандартні зразки), метрологічні характеристики
10.4 11.3	Атестовані за показником «точка замерзання» суміші складу розчину хлориду натрію (далі – CRM), діапазон атестованих значень точок замерзання – від мінус 0,408 °С до мінус 0,600 °С, розширена невизначеність U атестованого значення не більше ніж 0,001 °С за довірчої ймовірності $P = 0,95$

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

Пункт (и) стандарту	Засоби повірки, допоміжне обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
Розділ 8	Вимірювач параметрів атмосфери Атмосфера-1: – діапазон вимірювань температури від 0 °С до 40 °С, границі допустимої абсолютної похибки $\pm 0,5$ °С; – діапазон вимірювання відносної вологості повітря від 10 % до 90 %, границі допустимої абсолютної похибки ± 2 %; – діапазон вимірювання атмосферного тиску від 650 гПа до 1080 гПа, границі допустимої абсолютної похибки – ± 1 гПа

Кінець таблиці 3

1	2
11.2.2	Мегаомметр М 4100/3 згідно з [24], з діапазоном вимірювання від 0 МОм до 100 МОм та вихідною напругою (500 ± 50) В
11.2.2	Секундомір згідно з ДСТУ 7230
10.4, Додаток А	Вага 1 класу точності, найбільша границя зважування 220 г згідно з ДСТУ EN 45501
10.4, Додаток А	Натрій хлорид, х.ч. (хімічно чистий) згідно з [22]
10.4, Додаток А	Вода дистильована згідно з ДСТУ ISO 3696
10.4, Додаток А	Кальцій хлорид згідно з [20]
10.4, Додаток А	Шафа сушильна, що здатна підтримувати температуру (130 ± 1) °С, або піч муфельна електрична лабораторна, що здатна підтримувати температуру (300 ± 25) °С
10.4, Додаток А	Ексикатор, згідно з [23]
10.4, Додаток А	Стаканчик для зважування (бюкса) згідно з [24]
10.4, Додаток А	Колби мірні з однією міткою 2 класу точності згідно з [21], місткістю 1000 см ³
10.4, Додаток А	Термостат, що здатний підтримувати температуру (20 ± 1) °С

6.2 Можна застосовувати інші еталони та засоби 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 приладів, 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 приладів, повинен відповідати вимогам [4].

7.2 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки приладів, повинен вивчити порядок роботи з приладами, ЕД на приладів, 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, форму якого наведено у додатку 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 Під час проведення повірки необхідно дотримувати вимог щодо безпеки умов праці у хімічних лабораторіях згідно з [13].

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

10 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

10.1 Перед проведенням повірки необхідно:

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

– перевірити наявність ЕД;

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

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

10.3 Проводять градування приладів, як це передбачено ДСТУ ГОСТ 30562.

10.4 Проводять підготовку *J* CRM до роботи: готують не менше трьох CRM згідно з методикою, яку наведено у додатку А цього стандарту, точки замерзання яких рівномірно розподілені по діапазону вимірювань від 0,408 °C до 0,600 °C і відповідають першій, другій та третій третинам діапазону вимірювання приладів.

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 приладів, або призводять до порушень вимог безпеки праці, виробничої санітарії і охорони навколишнього середовища;

- комплектність приладів забезпечує можливість проведення повірки;

- прилад розміщено на робочій поверхні у відповідності до вимог ЕД;

- надійність кріплення складових частин приладів, надійність контактних з'єднань;

- відповідність версії ПЗ приладу з даними, встановленими під час оцінки відповідності.

11.1.3 Результати зовнішнього огляду документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту

11.2 Перевірка працездатності

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

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

Для перевірки працездатності здійснюють такі операції:

прДСТУ____: 20__

- 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 приладу, що повіряють. Вимикач живлення приладу 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 приладі).

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

11.2.3 Перевірка функціонування

11.2.3.1 Вмикають прилад 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 приладів в режимах вимірювання, передбачених ЕД.

11.2.3.3 Перевіряють рівень охолоджуючої рідини, при необхідності добавляють в систему охолоджуючу рідину.

При необхідності (і якщо це можливо) переконуються, що охолоджуюча рідина гарно перемішується або циркулює (в залежності від типу ванни).

11.2.3.4 Результат перевірки функціонування приладів вважають позитивним, якщо охолоджуюча рідина перемішується або циркулює, індикація про увімкнення приладу наявна, а для всіх режимів роботи (у

тому числі, режиму самодіагностики) результати виконання передбачених ЕД процедур належним чином відображаються на відліковому пристрої приладів.

11.2.4 Результати перевірки працездатності документують в протоколі повірки.

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

11.3 Визначення метрологічних характеристик приладів

11.3.1 Перевірка абсолютної похибки приладів

11.3.1.1 Проводять вимірювання точки замерзання T_j , у градусах Цельсія, для кожного j -го CRM ($j = 1, 2, \dots, J$), підготовленого за 10.4.

11.3.1.2 Отримують n результатів одиничних визначень точки замерзання T_{ji} , ($i = 1, 2, \dots, n$) 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.

11.3.1.3 Вимірювання виконують для всіх J CRM.

Результати визначень точки замерзання T_{ji} , у градусах Цельсія, для всіх J CRM, документують у протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

12 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

12.1 Для кожного j -го CRM обчислюють середнє арифметичне значення точки замерзання \bar{T}_j , у градусах Цельсію, n результатів визначень точки замерзання, отриманих згідно з 11.3.1.2, за формулою:

$$\bar{T}_j = \frac{\sum_{i=1}^n T_{ji}}{n}, \quad (1)$$

де T_{ji} – i – й результат вимірювання точки замерзання для j -го CRM, °С.

12.2 Основну абсолютну похибку приладів Δ_j , у градусах Цельсію, під час вимірювання точки замерзання для j -го CRM, оцінюють за формулою:

$$\Delta_j = \bar{T}_j - T_{jref}, \quad (2)$$

де T_{jref} – табульоване значення точки замерзання для j -го CRM, °С;

\bar{T}_j – середнє арифметичне результатів вимірювань точки замерзання для j -го CRM, °С.

Результати визначення абсолютної похибки приладів для всіх перевірених точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення (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 приладів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення абсолютної похибки приладу для всіх перевірених точок діапазону вимірювання не перевищують (за модулем) максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації приладів.

Результати вимірювань та розрахунків документують у протоколі повірки.

13 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

13.1 Результати повірки приладів 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 приладів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо їх MX не перевищують границі допустимих значень, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації приладів.

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

13.3 У разі негативних результатів анулюють свідоцтво про повірку та оформлюють довідку про непридатність приладу 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 приладів в обсязі, визначеному в заяві на проведення експертної повірки.

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

Додаток А

(обов'язковий)

МЕТОДИКА ПРИГОТУВАННЯ CRM

Натрій хлорид, х.ч., тонкоподрібнений, висушують протягом п'яти годин при температурі (300 ± 25) °С в муфельній електричній пічці або в сушильній шафі при температурі (130 ± 1) °С протягом 24 годин і охолоджують до кімнатної температури в ексікаторі з хлоридом кальцію або іншим осушувачем (крім кислот або ангідридів кислот).

В залежності від обраного згідно з таблицею А.1 значення точки замерзання зважують в бюксі від 6,859 г до 10,155 г висушеного хлориду натрію. Розчиняють хлорид натрію в дистильованій воді, кількісно переносять в мірну колбу місткістю 1000 см³ і розбавляють дистильованою водою температурою до приблизно 80 % об'єму колби.

Термостатують колбу та ємність з дистильованою водою при температурі (20 ± 1) °С протягом години і доводять об'єм води в колбі до мітки термостатованою дистильованою водою.

Зберігають CRM при температурі 5 °С в закупорених скляних або поліетиленових пляшках місткістю не більше 250 см³.

Термін зберігання CRM – не більше 2 місяців.

Не рекомендується використовувати CRM, якщо в пляшці залишається $\frac{1}{4}$ її вмісту.

Значення точки замерзання CRM T, у градусах Цельсія, в діапазоні масових часток хлориду натрію від 6,859 г·л⁻¹ до 10,155 г·л⁻¹, з довідкових даних згідно з [24] наведено у таблиці А.1.

Таблиця А.1 – Точка замерзання CRM

Кількість сухого хлориду натрію (NaCl), г	Точка замерзання CRM	
	°C	°Н (по Хортвету)*
6,859	-0,408	-0,422
7,818	-0,464	-0,480
8,149	-0,483	-0,500
8,314	-0,492	-0,510
8,480	-0,502	-0,520
8,646	-0,512	-0,530
8,811	-0,521	-0,540
8,977	-0,531	-0,550
9,143	-0,541	-0,560
10,155	-0,600	-0,621

*Значення точки замерзання CRM по Хортвету (T_H) розраховані за формулою:

$$T_H = 1,0356 \cdot T, \quad (\text{A.1})$$

де T – значення точки замерзання CRM, °C.

Залежність температури точки замерзання CRM T , у градусах Цельсія, від концентрації розчину (у діапазоні масових часток хлориду натрію від $6,859 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$ до $10,155 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$) адекватно (при умові округлення результатів розрахунків до третього знаку, згідно з ДСТУ ГОСТ 30562) описується формулою:

$$T = 3,65731 \cdot 10^{-7} - 0,06253 \cdot m_{\text{NaCl}} \cdot V^{-1} + 6,58029 \cdot 10^{-4} \cdot m_{\text{NaCl}}^2 \cdot V^{-2} - 3,137 \cdot 10^{-5} \cdot m_{\text{NaCl}}^3 \cdot V^{-3}, \quad (\text{A.2})$$

де m_{NaCl} – наважка хлориду натрію, г;

V – об'єм колби, в якій проводилось розбавлення розчину хлориду натрію, л ($V = 1$ л).

Однак, для спрощення розрахунку, названа залежність може бути описана менш точною лінійною формулою:

$$T = -7,71539 \cdot 10^{-4} - 5,912 \cdot 10^{-2} \cdot m_{\text{NaCl}} \cdot V^{-1}, \quad (\text{A.3})$$

Відповідно до [26] довірчі границі похибки атестації температури точки замерзання (при довірчій вірогідності $P = 0,95$) розраховують комбінацією оцінки середнього квадратичного відхилення середнього арифметичного (S) та невилученої систематичної похибки (Θ).

Оскільки в даному випадку приготування CRM – одноразова процедура, то розрахування S_i виключається, внаслідок чого довірчі границі похибки атестації CRM дорівнюють границям невилученої систематичної похибки атестації при довірчій вірогідності $P = 0,95$, яку розраховують за формулою:

$$\theta(p) = k \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot \theta_i^2}, \quad (\text{A.4})$$

де $k = 1,1$ при $P = 0,95$;

Θ_i – границі i -тої складової невилученої систематичної похибки.

Тоді:

$$\frac{\partial T}{\partial m_{\text{NaCl}}} = -\frac{5,912 \cdot 10^{-2}}{V}, \quad (\text{A.5})$$

$$\left(\frac{\partial T}{\partial m_{\text{NaCl}}} \right)^2 = \frac{5,912^2 \cdot 10^{-4}}{V^2} \quad (\text{A.6})$$

Відповідно

$$\frac{\partial T}{\partial V} = -\frac{5,912 \cdot 10^{-2} \cdot m_{\text{NaCl}}}{V^2} \quad (\text{A.7})$$

$$\left(\frac{\partial T}{\partial V}\right)^2 = \frac{5,912^2 \cdot 10^{-4} \cdot m_{\text{NaCl}}^2}{V^4} \quad (\text{A.8})$$

Враховуючи, що невилучені систематичні похибки вимірювання маси хлориду натрію та об'єму розчину знаходяться відповідно в межах: $\Theta_m = \pm 0,0002$ г; $\Theta_V = \pm 0,0008$ л, то, як показує розрахунок, для наважки хлориду натрію, яка дорівнює 6,859 г, невилучена систематична похибка атестації при $P = 0,95$ становить $\pm 0,0004$ °С.

Для наважки хлориду натрію, яка дорівнює 10,155 г, невилучена систематична похибка атестації при $P = 0,95$ становить $\pm 0,0005$ °С.

Таким чином, для CRM, приготованих згідно з Додатком А, довірчі границі похибки атестації не виходять за межі $\pm 0,001$ °С.

Відповідно до [26] розширена невизначеність U атестованого значення точки замерзання не більше ніж $\pm 0,001$ °С за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

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 приладу	Зав. №
Виробник	
Належить	
Діапазон вимірювання точки замерзання приладу, °С	
Границі допустимої основної похибки приладу	
Повірка проводилась відповідно до	ДСТУ ____:20__
CRM, що застосовувались під час повірки: сертифікат, чинність	

Умови повірки

<i>T, °С</i>	<i>φ, %</i>	<i>P, кПа</i>
--------------	-------------	---------------

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 приладу

Значення CRM	Покази приладу	Абсолютна похибка приладу		Допустиме значення абсолютної похибки приладу, °С
		°С		
<i>Табульована точка замерзання, $T_{jref}, °С$</i>	<i>Точка замерзання, виміряна приладом, $T_{ji}, °С$</i>	$\bar{T}_j, \%$	$\Delta_j, °С$	
		$T_{j1} T_{j2}$ T_{jn}	\bar{T}_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

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 стандартів безпеки праці. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

прДСТУ____: 20__

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 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

21 ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

22 ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

23 ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

25 ГСССД 154-91. Водные растворы хлоридов натрия и калия. Понижение температуры замерзания и эффективные (осмотические) концентрации. – М.: Издательство стандартов, 1991. – 16 с

26 РМГ 43-2001 Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений»

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

Код УКНД 17.020

Ключові слова: методика повірки, прилади визначення точки замерзання молока, точка замерзання, термісторний кріоскопічний метод, абсолютна похибка.
