

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО
И.о.генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А.Н. Пронин
28 июня 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ ЖИДКОСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ
«ФЛЮОРАТ-02»

Методика поверки
МП-242-2437-2021

И.о. руководителя отдела государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник
М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2021

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости люминесцентно-фотометрические «Флюорат-02» модификаций «Флюорат-02-4М» и «Флюорат-02-5М» (далее анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость поверяемых приборов к государственному первичному эталону ГЭТ 156-2015 «Государственный первичный эталон единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания в диапазоне длин волн 0,2 – 50 мкм, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн 0,2 – 2,5 мкм» и к государственному первичному эталону ГЭТ 208-2014 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии»

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - прямое измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой мерой коэффициента направленного пропускания и косвенное измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений или поверка для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

П р и м е ч а н и я

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1 Перечень операций поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта	Выполнение операций при поверке	
		Первичной	Периодической
Внешний осмотр	6	Да	Да
Опробование	7.2	Да	Да
Проверка соответствия программного обеспечения	8	Да	Да
Определение абсолютной погрешности измерений коэффициента направленного пропускания	9.1	Да	Да
Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации контрольного вещества (фенола) в воде	9.2	Да	Да
Определение предела обнаружения контрольного вещества (фенола) в воде	9.3	Да	Да

2 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80 %.

3 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица, соответствующие требованиям ГОСТ Р 56069-2018, ознакомившиеся с руководством по эксплуатации поверяемого анализатора, эталонных средств измерений и вспомогательных средств поверки, инструкциями по применению стандартных образцов и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

При проведении поверки специалисты должны соблюдать требования техники безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и требования по электро-безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-2017.

4 Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяют средства поверки по таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
2	Термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например, ФИФ № 53505-13 или аналогичные)
9.1	Комплект светофильтров КОФ-02 по ТУ 4321-200-20506233-2000, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 45802-10
9.2, 9.3	Стандартный образец состава раствора фенола утвержденного типа ГСО 7270-96 (массовая концентрация 1 мг/см ³ , относительная погрешность не более ± 1 %).
ПРИЛОЖЕНИЕ А	Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см ³ любого исполнения по ГОСТ 1770-74
ПРИЛОЖЕНИЕ А	Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10, 20, 50 см ³ любого исполнения по ГОСТ 29169 - 91 или пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91 любого типа и исполнения
ПРИЛОЖЕНИЕ А	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

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

4.3. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы применяются в пределах срока годности экземпляра.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки анализаторов следует соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 № 903н, а также требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации анализаторов.

6 Внешний осмотр анализаторов

При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализаторов следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;

- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

Анализаторы считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

7 Подготовка к поверке и опробование

7.1 Подготовка к поверке

7.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации анализатора (далее – РЭ) и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности согласно разделу 5.

7.1.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 4.

7.1.3 Приготавливают поверочные растворы фенола согласно Приложению А.

7.1.4 Подготавливают анализатор к работе в соответствии с РЭ. Подключают анализатор к сети, включают электропитание и прогревают анализатор в течение 30 мин.

Примечание - Допускается проведение проверки соответствия программного обеспечения (см. раздел 8), не дожидаясь окончания времени прогрева анализатора.

7.1.5 Если поверяемый экземпляр анализатора работает под управлением автономного программного обеспечения «Флюорейт», установленного на персональном компьютере, то подключают анализатор к компьютеру, на котором установлено это программное обеспечение.

7.1.6 Допускается участие в поверке операторов, обслуживающих анализатор.

7.2 Опробование

Опробование анализатора проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее анализатора появляется заставка, и анализатор переходит в режим ожидания.

8 Проверка соответствия программного обеспечения

8.1 В соответствии с Руководством по эксплуатации анализатора выводят на дисплей информацию о номере версии встроенного программного обеспечения. Для этого включают анализатор в сеть и после появления на дисплее заставки нажимают клавишу «F3». На дисплей выводится окно «Идентификация ПО», в котором указана его версия. Для выхода из окна «Идентификация ПО» нажимают клавишу «Esc». Анализатор переходит в «Основное меню».

8.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии встроенного программного обеспечения соответствует версии, указанной в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений или выше.

8.3 В главном меню автономного ПО «Флюорейт» нажимают кнопку **Информация о приборе**. В открывшемся окне нажимают кнопку **Идентификация ПО**. При

этом открывается окно (см. рисунок 1), в котором приведены идентификационные признаки ПО «Флюорейт». Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения соответствует указанному в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений или выше.

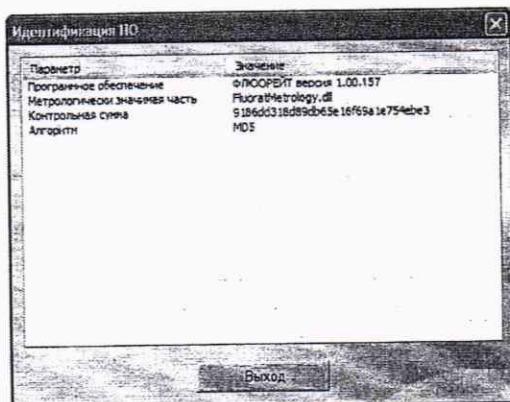


Рисунок 1 - Окно *Идентификация ПО*

Кнопка Выход возвращает в окно *Информация о приборе*.

П р и м е ч а н и е - Проверку проводят только в том случае, если поверяемый экземпляр анализатора работает под управлением автономного программного обеспечения, установленного на персональном компьютере.

9 Определение метрологических характеристик

9.1 Определение абсолютной погрешности измерений коэффициента направленного пропускания

9.1.1 При проведении измерений коэффициента направленного пропускания с использованием встроенного программного обеспечения руководствуются пунктами 9.1.2 - 9.1.5, при использовании автономного - руководством пользователя программного обеспечения к анализатору.

9.1.2 Подготавливают анализатор к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации. Для этого проводят следующие операции:

- включают анализатор в сеть. При этом на дисплее возникает заставка (надпись «Флюорат-02-4М (5М)», «Люмэкс»); нажатием клавиши «Ent» входят в «Основное меню»;

П р и м е ч а н и е - После проверки соответствия встроенного программного обеспечения (см. 0 - 0) анализатор уже находится в «Основном меню».

- нажатием «Esc» входят в меню «Список методик»;
- выбирают пункт меню «Проверка»¹, нажатием «Ent» входят в «Основное ме-

¹ При наличии свободных мест в меню «Список методик» можно создать отдельную методику для определения погрешности коэффициента пропускания при поверке прибора. Требуемые установки для такой методики см. в Приложении В.

- нию» (при отсутствии пункта меню «Проверка» следует создать его в соответствии с Руководством по эксплуатации);
- выбирают пункт меню «Установки», нажатием «Ent» входят в меню «Установки»;
 - проверяют установки пункта меню «Проверка»:
 - метод «Люминесценция»;
 - число измерений «Авто»;
 - коррекция «полная»;
 - градуировка «кус.-лин. восх.»;
 - чувствительность ФЭУ «1» (лишь для «Флюорат-02-4М»);
 - стирают номер светофильтра возбуждения «1» (устанавливают курсор на поле справа от слова «воз.», нажимают «Ent», вводят «0» и снова нажимают «Ent»).
 - выбирают пункт меню «Градуир. таблица», нажатием «Ent» вызывают градуировочную таблицу, вводят значения $C_0 = 0,000$, $C_1 = 1,000$, $J_1 = 1,000$ (устанавливают курсор на выбранный пункт, нажимают «F3», набирают необходимое число и вводят его в память нажатием «Ent»). Если какие-либо (любые!) значения C_1 и J_1 уже установлены, повторно их вводить не нужно.
 - переходят в основное меню двойным нажатием клавиши «Esc».

П р и м е ч а н и е - Допускается использование метода «Фотометрия» в режиме «Оптическая плотность». В этом случае устанавливать напряжение на ФЭУ и вводить данные в градуировочную таблицу не требуется. Следует, однако, обратить внимание на то, что при переходе к подразделу 9.2 следует установить метод измерения «Люминесценция» и проверить его установки в соответствии с 9.1.2.

9.1.3 В гнездо светофильтра канала возбуждения (схема кюветного отделения приведена в Приложении Б) вставляют светофильтр K1 из комплекта КОФ-02, в канал регистрации устанавливают заглушку из комплекта КОФ-02). В кюветное отделение анализатора не устанавливают ничего².

9.1.4 Курсором выбирают пункт «Измерение» и нажатием «Ent» входят в меню «Измерение», устанавливают курсор на пункт «J0» и измеряют значение фона нажатием клавиши «Ent».

9.1.5 В кюветное отделение анализатора помещают первый из светофильтров, входящих в комплект КОФ-02, выбирают пункт «Измерение» и измеряют коэффициент направленного пропускания ($T_{i,k}$, %) в режиме «Измерение» не менее 10 раз (i - номер измерения, k - порядковый номер светофильтра в комплекте КОФ-02).

П р и м е ч а н и е - Допускается отбрасывание наибольшего (наименьшего) результата измерений, который может быть признан выбросом на основании критерия

² При использовании комплекта КОФ-02 с серийным номером, меньшим 200, в кюветное отделение анализатора можно установить пустую рамку из комплекта.

Граббса для уровня значимости $q = 5\%$ согласно ГОСТ Р 8.736-2011 (см. Приложение Г).

9.1.6 Для каждого зарегистрированного значения коэффициента направленного пропускания рассчитывают отклонение ($\Delta_T, \%$):

$$\Delta_T = |T_{i,k} - T_{0,k}| \quad (1)$$

где $T_{0,k}$ - действительное значение редуцированного коэффициента направленного пропускания светофильтра (по свидетельству об аттестации комплекта КОФ-02), %.

9.1.7 Наибольшее по абсолютной величине значение Δ_T принимают за абсолютную погрешность измерений коэффициента направленного пропускания данного светофильтра.

9.1.8 Повторяют операции, описанные в п. 9.1.5 - 9.1.7 для светофильтров №№ 2 - 5 из комплекта светофильтров КОФ-02.

9.1.9 Анализатор считается прошедшим поверку, если для всех светофильтров абсолютная погрешность измерения коэффициента направленного пропускания не превышает $\pm 2\%$.

9.2 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации контрольного вещества (фенола) в воде

9.2.1 При проведении измерений массовой концентрации фенола с использованием встроенного программного обеспечения руководствуются пунктами 9.2.3 - 9.2.7, при использовании автономного - руководством пользователя программного обеспечения к анализатору.

9.2.2 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации контрольного вещества (фенола) в воде производится при помощи поверочных растворов фенола с массовой концентрацией 0,01; 0,1; 1,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мг/дм³, приготавливаемых из стандартного образца состава раствора фенола согласно Приложению А.

9.2.3 Подготавливают анализатор к работе. В гнездо светофильтра канала возбуждения устанавливают светофильтр № 1, а в гнездо светофильтра канала регистрации - светофильтр № 3, которые входят в комплект анализатора. Далее проводят следующие операции:

- по окончании работы по п.9.1.5 анализатор находится в меню «Измерение». Нажатием «Esc» выходят в основное меню;
- устанавливают курсор на пункт «Установки», нажатием «Ent» входят в меню «Установки»;
- проверяют установки методики (см. 9.1.2);

- вводят номер светофильтра возбуждения «1», для чего устанавливают курсор на поле справа от слова «воз.», нажимают «Ent», вводят «1» и снова нажимают «Ent»;
- выбирают пункт меню «Градуир. таблица», нажатием «Ent» вызывают градуировочную таблицу, вводят значения $C_0 = 0,000$, $C_1 = 1,000$, $C_2 = 5,000$, $C_3 = 25,00$, для чего устанавливают курсор на выбранный пункт, нажимают «F3», набирают необходимое число и вводят его в память нажатием «Ent». Если какие-либо значения уже установлены, повторно их вводить не нужно.

9.2.4 Помещают в кюветное отделение кювету, содержащую фоновый раствор (дистиллированную воду), устанавливают курсор на J_0 и, нажав клавишу «Ent», измеряют значение фона. Принимают измеренное значение нажатием «Ent».

9.2.5 В кюветное отделение помещают кювету с раствором фенола массовой концентрации $1 \text{ мг}/\text{дм}^3$, устанавливают курсор на J_1 и измеряют значение сигнала. Принимают измеренное значение нажатием «Ent». Повторяют операции, указанные в настоящем пункте, с растворами массовой концентрации фенола 5 и $25 \text{ мг}/\text{дм}^3$, измеряя J_2 и J_3 .

9.2.6 В кюветное отделение анализатора помещают кювету с дистиллированной водой, снова измеряют значение J_0 , двукратным нажатием клавиши «Esc» переходят в основное меню и, не вынимая из кюветного отделения кюветы с фоновым раствором, нажатием «Ent» входят в меню «Измерение». Производят измерение в режиме «Измерение» нажатием клавиши «Ent», делая при этом не менее 10 измерений.

9.2.7 В кюветное отделение анализатора последовательно, начиная с растворов меньшей концентрации, помещают кюветы с приготовленными растворами фенола и измеряют 10 раз значение массовой концентрации фенола в каждом растворе в режиме «Измерение».

П р и м е ч а н и е - Допускается отбрасывание наибольшего (наименьшего) результата измерений, который может быть признан выбросом на основании критерия Граббса для уровня значимости $q = 5 \%$ согласно ГОСТ Р 8.736-2011, раздел 6 (см. Приложение Г).

9.2.8 Для каждого раствора фенола, а также фонового раствора находят значение отклонения ($\Delta_C, \text{ мг}/\text{дм}^3$)

$$\Delta_C = |X_i - C| \quad (2)$$

где C - действительное значение массовой концентрации фенола в растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$. Для фонового раствора действительное значение массовой концентрации фенола равно нулю;

X_i - измеренное i -ое значение массовой концентрации фенола в растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

i - порядковый номер измерения.

9.2.9 Наибольшее по абсолютной величине значение Δ_c принимают за абсолютную погрешность измерений массовой концентрации фенола в данном растворе.

9.2.10 Вычисляют значение предела допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации фенола ($\Delta_{0,c}$, мг/дм³) по формуле:

$$\Delta_{0,c} = 0,004 + 0,10 \cdot C \quad (3)$$

где С - действительное значение массовой концентрации фенола в растворе, мг/дм³.

9.2.11 Анализатор считается прошедшим поверку, если абсолютная погрешность измерений массовой концентрации фенола во всех растворах и фоновом растворе по п.9.2.8 не превышает предела допускаемой абсолютной погрешности, вычисленного по формуле (3).

9.3 Определение предела обнаружения контрольного вещества (фенола) в воде

9.3.1 Проверку предела обнаружения фенола в воде проводят с использованием результатов, полученных по 9.2.

9.3.2 Для фонового раствора вычисляют среднее арифметическое значение (\bar{X}_ϕ , мг/дм³) и среднее квадратическое отклонение (S_ϕ , мг/дм³) зарегистрированных результатов измерений:

$$\bar{X}_\phi = \frac{\sum_{i=1}^n X_{\phi,i}}{n}; \quad (4)$$

$$S_\phi = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{\phi,i} - \bar{X}_\phi)^2}{n-1}} \quad (5)$$

где $X_{\phi,i}$ - измеренное i -ое значение массовой концентрации фенола в фоновом растворе, мг/дм³;

n - число измерений.

9.3.3 За предел обнаружения фенола в воде (C_{min} , мг/дм³) принимают значение, равное $3S_\phi$, где S_ϕ - среднее квадратическое отклонение, вычисленное по формуле (5).

Примечание - При S_ϕ менее 0,0003 мг/дм³ принимают C_{min} равной 0,001 мг/дм³.

9.3.4 Анализатор считают прошедшим поверку, если предел обнаружения фенола не превышает 0,005 мг/дм³.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Д.

10.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными, и на них оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

10.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности.

10.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
Приготовление поверочных растворов фенола

А.1 Дистиллированную воду для приготовления поверочных растворов фенола перед использованием кипятят, охлаждают и хранят в стеклянной склянке с притертой пробкой во избежание насыщения кислородом воздуха. Срок хранения - 1 сутки.

Запрещается использовать воду, находившуюся в контакте с резиновыми шлангами.

А.2 Поверочные растворы фенола готовят согласно таблице А.1 последовательным разбавлением стандартного образца состава раствора фенола водой, подготовленной по п.А.1.

Таблица А.1

№	Компонент	Объем, см ³	Действительное значение, мг/дм ³	Доверительные границы относительной погрешности ($P = 0,95$), %
1	ГСО 7270-96 Вода по А.1	5 до 100	50,0	± 1,2
2	Раствор № 1 Вода по А.1	50 до 100	25,0	± 1,3
3	Раствор № 1 Вода по А.1	20 до 100	10,0	± 1,3
4	Раствор № 2 Вода по А.1	20 до 100	5,00	± 1,4
5	Раствор № 3 Вода по А.1	10 до 100	1,00	± 1,4
6	Раствор № 5 Вода по А.1	10 до 100	0,100	± 1,5
7	Раствор № 6 Вода по А.1	10 до 100	0,010	± 1,6

Используют только свежеприготовленные растворы. Допускается хранение растворов массовой концентрации фенола от 1,0 до 25 мг/дм³ не более суток.

Приготовление растворов производят при температуре окружающего воздуха (20±2) °C, причем изменение температуры за все время работы не должно превышать 0,5°C.

А.3 Массовую концентрацию фенола в приготовленных растворах вычисляют по формуле:

$$C_j = \frac{C_i \cdot V_i}{V_j}, \quad (\text{A.1})$$

где C_j - массовая концентрация фенола в приготовленном растворе, мг/дм³;

C_i - массовая концентрация фенола в растворе, использованном для приготовления данного раствора в соответствии с табл. А.1, мг/дм³;

V_i - объем раствора массовой концентрации C_i , взятый для приготовления данного раствора см³;

V_j - объем приготовленного раствора, см³.

Доверительные границы относительной погрешности массовой концентрации растворов фенола ($P = 0,95$) в поверочных растворах приведены в таблице А.1.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(справочное)

Схема кюветного отделения анализаторов в зависимости от их модификации приведена на рис.Б.1.

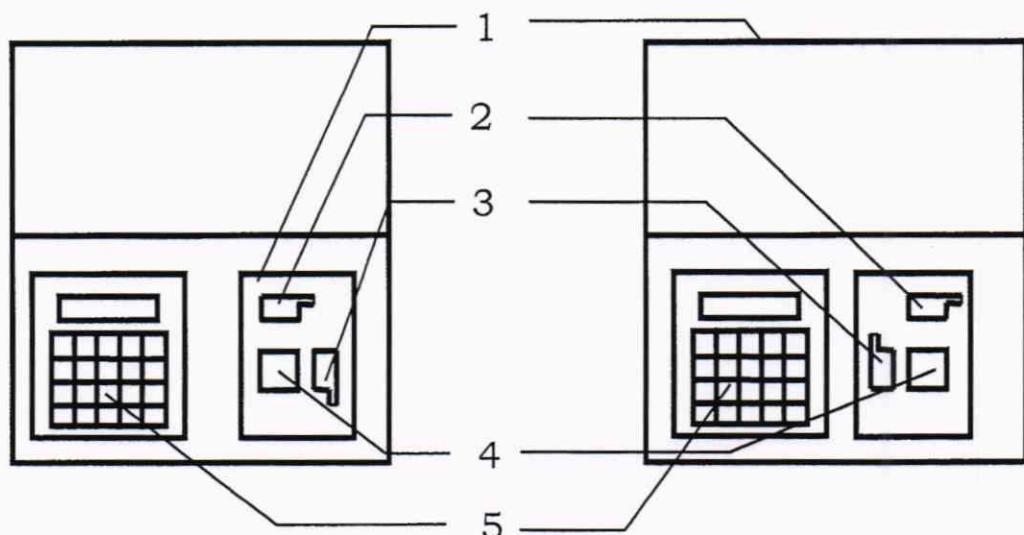


Рисунок Б.1 - Схема кюветного отделения анализаторов
«Флюорат-02-5М» «Флюорат-02-4М»

- 1 - кюветное отделение
 - 2 - светофильтр канала возбуждения
 - 3 - светофильтр канала регистрации
 - 4 - кювета
 - 5 - клавиатура

ПРИЛОЖЕНИЕ В (рекомендуемое)

Создание пункта меню для определения погрешности измерений коэффициента пропускания

Создают соответствующий пункт в меню «Список методик» в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Нажатием «Ent» входят в «Основное меню», выбирают пункт меню «Установки», нажатием «Ent» входят в меню «Установки».

Устанавливают следующие параметры:

- воз. «000»;
- метод «Фотометрия»;
- определение «Оптическая плотность».

При этих установках нет необходимости вводить какие-либо значения в Градиуровочную таблицу и можно сразу перейти к 9.1.5.

Выполнение пункта 9.2.3 начинают с выхода в меню «Список методик» и выбирая пункта меню «Проверка».

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(справочное)

Использование критерия Граббса для поиска выбросов

Статистический критерий Граббса (см. раздел 6 ГОСТ Р 8.736-2011) используется для исключения грубых погрешностей (промахов). Для наименьшего и наибольшего значений в группе значений (G_1 и G_2 соответственно) его вычисляют по формулам

$$G_1 = \frac{\bar{X} - X_{min}}{S} \quad \text{и} \quad G_2 = \frac{X_{max} - \bar{X}}{S} \quad (\Gamma.1)$$

где X_{min} - наименьшее значение в группе;

X_{max} - наибольшее значение в группе;

\bar{X} - среднеарифметическое значений, входящих в группу;

S - среднеквадратическое отклонение значений, входящих в группу.

Значения \bar{X} и S для группы, включающей n результатов измерений, вычисляют по формулам:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}; \quad (\Gamma.2)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (\Gamma.3)$$

где X_i - i -ый результат измерений.

Большее из полученных значений G_1 и G_2 сравнивают со значением критерия Граббса (G_t) для уровня значимости $q = 5\%$ (см. Приложение А к ГОСТ Р 8.736-2011). В частности, $G_t = 2,00$ для $n = 10$.

Если большее из значений G_1 и G_2 не превосходит G_t , то соответствующее ему значение (X_{min} или X_{max}) не является промахом, и его сохраняют.

Если большее из значений G_1 и G_2 превышает G_t , то соответствующее ему значение (X_{min} или X_{max}) считают маловероятным и его отбрасывают при дальнейшей обработке результатов.

Отбрасывание более одного значения не допускается.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
 (рекомендуемое)
Форма протокола поверки анализаторов

ПРОТОКОЛ № _____ от _____
проверки анализатора жидкости люминесцентно-фотометрического
«ФЛЮОРАТ-02-__M»

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ _____, зав.№ _____, принадлежащий _____

Обозначение методики поверки _____

Условия проведения поверки

Температура окружающей среды, °C	
Относительная влажность, %	
Атмосферное давление, кПа	

Средства поверки

- Комплект светофильтров КОФ-02, зав. номер _____, сведения о поверке _____.
(номер, кем и когда выдано, срок действия)
- Стандартный образец состава раствора фенола ГСО _____, годен до _____.

Результаты поверки

- Внешний осмотр _____
- Опробование _____
- Версия встроенного программного обеспечения _____, версия автономного программного обеспечения (если применимо) _____.
- Определение абсолютной погрешности измерений коэффициента направленного пропускания, %

№	T_o , %	Результаты измерений, %					$ T_w - T_o $, %	$\Delta_{0,T}$, %
1								2,0
2								
3								2,0
4								
5								2,0

Примечание - T_w - значение, максимально отклоняющееся от T_o .

5. Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации фенола в воде, мг/дм³

№	C, мг/дм ³	Результаты измерений, мг/дм ³					X _w - C , мг/дм ³	Δ _{0,c} , мг/дм ³
1	0,000							0,004
2	0,010							0,005
3	0,10							0,014
4	1,00							0,10
5	5,00							0,50
6	10,0							1,0
7	25,0							2,5

Примечание - X_w - значение, максимально отклоняющееся от С.

6. Предел обнаружения фенола в воде _____ мг/дм³.

Заключение по результатам поверки

Анализатор _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель _____

(подпись, расшифровка подписи)