

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



УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
«19» августа 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ ВЛАГИ ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЕ
СК1С СЕРИИ 5E-MW**

Методика поверки

МП 2301-0183-2019

Руководитель лаборатории госэталонов
в области измерения массы и силы
А.Ф. Остривной
Научный сотрудник
В.И. Богданова

г. Санкт-Петербург
2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции и средства поверки.....	3
2	Требования безопасности.....	4
3	Условия поверки.....	4
4	Подготовка к поверке.....	5
5	Проведение поверки.....	5
5.1	Внешний осмотр.....	5
5.2	Опробование.....	5
5.3	Подтверждение соответствия программного обеспечения.....	5
5.4	Определение абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары	6
5.5	Определение абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги..	7
6	Оформление результатов поверки.....	9

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влаги термогравиметрические СКІС серии 5E-MW (далее – анализаторы), изготовленных компанией Changsha Kaiyuan Instruments Co. Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Анализаторы влаги термогравиметрические СКІС серии 5E-MW (далее - анализаторы) предназначены для измерений массовой доли влаги в различных в угле, коксе, биотопливе и других сыпучих материалах.

Интервал между поверками – 1 год.

Перед проведением поверки владелец анализатора устанавливает самостоятельно необходимость юстировки весов в составе анализатора в соответствии с Приложением 1 Руководства эксплуатации (РЭ) и, в случае необходимости, выполняет юстировку весов в соответствии с РЭ.

Примечания:

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

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства измерений с характеристиками, указанными в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Средства поверки и их технические характеристики	Обязательность проведения операций при первичной и периодической поверке
1. Внешний осмотр	5.1	-	да
2. Опробование	5.2	В соответствии с Руководством по эксплуатации	да
3. Проверка соответствия программного обеспечения	5.3	-	да
4. Определение абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары	5.4	гири эталонные 1-го разряда с номинальным значением массы 1 г, 2 г, 5 г, 10 г, 20 г по Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 № 2818	да

Продолжение таблицы 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Средства поверки и их технические характеристики	Обязательность проведения операций при первичной и периодической поверке
5. Определение абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги	5.5	Песок кварцевый по ГОСТ 4417-75; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72. Вспомогательное оборудование: дозаторы пипеточные, позволяющие дозировать 10 мкл, 1 мл, 4 мл.	
<p>Для контроля параметров окружающего воздуха должны быть применены следующие средства:</p> <ul style="list-style-type: none"> - психрометр аспирационный с диапазоном измерения относительной влажности от 27 до 85 %; - термометр по ГОСТ 112 с диапазоном измерений от 1 до 50 °С. 			

Допускается применение средств поверки, на которые не дана ссылка в таблице 1, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью и пределами измерений.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 Обслуживающий персонал, допущенный к работе с анализатором, должен изучить Руководство по эксплуатации и знать правила работы с электрооборудованием напряжением до 1000 В, пройти инструктаж и обучение работе с анализатором.

2.2 Не допускается эксплуатировать анализатор в помещениях, где есть опасность взрыва от электрической искры.

2.3 При проведении поверки должны соблюдаться правила, определяемые правилами безопасности при эксплуатации поверяемых средств измерений и используемых эталонных средств измерений, приведенных в эксплуатационной документации и нормативных документах, а также правилами технической эксплуатации и правил техники безопасности при работе на электроустановках «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

2.4 Требования к квалификации поверителей

Специалисты, проводящие поверку, должны иметь высшее или среднее техническое образование и быть аттестованными в качестве поверителей в соответствующей области измерений, должны изучить правила работы с поверяемым средством измерений и обладать соответствующей квалификацией для работы с эталонным оборудованием.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +15 °С до + 25 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- отсутствие воздушных потоков и вибраций;
- отсутствие воздействия прямых солнечных лучей, осветительных приборов или нагревателей;
- отсутствие воздействия агрессивных химических паров;
- наличие виброустойчивого изолированного фундамента для установки анализатора;

– анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

4 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1 При подготовке к проведению поверки должны быть выполнены следующие операции:

4.1.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с РЭ.

4.1.2 Перед проведением испытаний весы в составе анализатора должны быть выдержаны в помещении в распакованном виде не менее 12 часов, включены в сеть и выдержаны во включенном состоянии не менее 12 часов.

4.1.3 Кварцевый песок по ГОСТ 4417 просеять через сито с диаметром отверстий (1-1,5) мм и отмыть питьевой водой, прилить соляную кислоту (1: 1) столько, чтобы покрыть песок полностью и дать отстояться в течение 10 часов, слить соляную кислоту и промыть дистиллированной водой, высушить и прокалить. Подготовленный песок хранить в плотно закрытой банке.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

5.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие весов следующим требованиям:

- обеспечение сохранности лакокрасочных покрытий;
- наличие маркировки и комплектующих изделий согласно комплекту поставки.

5.2 Опробование

При опробовании анализатор приводят в рабочее состояние. Индикация показаний на экране должна быть четкой и исправной.

Результаты признают положительными, если анализатор вышел в рабочий режим в соответствии с РЭ.

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Для подтверждения соответствия программного обеспечения на этапе поверки для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера) ПО. Номер версии ПО идентифицируется при включении программного обеспечения на персональном компьютере путем вывода на экран номера версии с помощью специальной вкладки (меню «Help» → «Version»).

Результаты признают положительными, если номер версии программного обеспечения соответствует указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Встроенное ПО	Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	Прошивка	5E Automatic Moisture Analysis System
Номер версии (идентификационный номер) ПО*	-	1.0.01

* Номер версии слева и справа может дополняться метрологически не значимой буквой.
Номер версии (идентификационный номер) ПО не ниже указанного.

5.4 Определение абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары

Проверку абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары выполняют с помощью нагружения и разгружения весов анализатора гирями, равномерно распределенными во всем диапазоне измерений массы образцов. Используют гири следующих номинальных значений: 1 г, 2 г, 5 г, 10 г, 20 г соответствующие 1-му разряду по Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 № 2818. Используют нагрузки: 1 г, 2 г, 5 г, 10 г, 20 г и 30 г. Измерение массы проводится в следующей последовательности:

- a) С помощью программного обеспечения входят в меню анализа, для этого следует пройти в «Testing» → «Select instrument», в выпавшем списке выбрать нужный анализатор;
- b) после этого нажать «Add» и добавьте 1 образец в программе;
- c) нажать кнопку «Testing» → «Weight empty crucible» (если данная кнопка неактивна, нажать «Weight the sample»), система автоматически взвесит пустые тигли, после этого нужно нажать «Testing» → «Weight the sample», анализатор будет сигнализировать в моменты, когда нужно будет помещать образец (гирю, гири) в тигель (Сначала система взвешивает пустой тигель, обнуляет его массу и издает звуковой сигнал, в этот момент можно добавить образец (гирю, гири);
- d) при прохождении тигля над весами карусель опускается и устанавливает тигель на шток весов;
- e) поместить гирю (гири) в тигель, который опустился на шток весов;
- f) считать показания массы гири (гирь) с дисплея анализатора;
- g) убрать гирю (гири) из тигля;
- h) выполнить операции в последовательности с a) по g) для следующих нагрузок.

Погрешность взвешивания при каждом j -ом измерении (Δ_j) определяют по формуле

$$\Delta_j = L_j - m_j, \quad (1)$$

где L_j – j -ое показание массы гири (гирь) с дисплея анализатора, г;

m_j – значение условной массы гирь, помещаемых в тигель, г;

j – порядковый номер измерения.

За абсолютную погрешность измерения массы пробы принять $\Delta = \max|\Delta_j|$,

где Δ_j – погрешность взвешивания j -ого измерения, г.

Результаты признают положительными, если абсолютная погрешность измерений массы пробы после выборки массы тары не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары, приведенной в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массы пробы, г	от 0,01 до 30
Дискретность (d), мг, при измерении массы пробы	0,1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары, г	$\pm 0,0005$
Диапазон показаний массовой доли влаги, %	от 0,01 до 100
Диапазон измерений массовой доли влаги, %	от 0,3 до 100
Дискретность отсчета измерения массовой доли влаги, %	0,01
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, %:	
– в диапазоне массовых долей от 0,3 до 10 % включ.	$\pm 0,2$
– в диапазоне массовых долей от св. 10 до 100 % включ.	$\pm 0,4$

5.5 Определение абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги

5.5.1 Определение абсолютной погрешности измерения массовой доли влаги выполняют с использованием кварцевого песка и воды

Определение абсолютной погрешности измерения влажности следует проводить при различных значениях влажности и для различной массы смеси кварцевого песка и дистиллированной воды в соответствии с таблицей 4.

Воду необходимой массы можно добавлять при использовании дозаторов пипеточных, позволяющих дозировать 10 мкл, 1 мл, 4 мл.

Таблица 4

№ п/п	Теоретическое значение влажности, %	Масса сухого кварцевого песка, г, m_c	Масса воды, г (объем воды, добавляемый при использовании дозатора пипеточного)	Масса влажного кварцевого песка, г $m_{вл}$	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, %
1	≈80	1,0±0,1	4±0,1 (4 мл)	5,0±0,1	±0,4
2	≈50	1,0±0,1	1±0,1 (1 мл)	2,0±0,1	±0,4
3	≈25	3,0±0,1	1±0,1 (1 мл)	4,0±0,1	±0,4
4	≈10	9,0±0,1	1±0,1 (1 мл)	10,0±0,1	±0,2

5.5.2 Измерение массовой доли влаги проводится в следующей последовательности для всех соотношений кварцевого песка и кварцевого песка с водой по таблице 3:

- включить анализатор и компьютер по очереди, открыть дверь анализатора и полностью заполнить карусель пустыми тиглями поместить на карусель 23 пустых тигля для 5E-MW6520 и 19 пустых тигля для 5E-MW6510;
- войти с помощью программного обеспечения в меню настроек (меню «Testing» → «Parameter Settings»), установить требуемые температурно-временные параметры 107°C-60 мин;
- войти с помощью программного обеспечения в меню анализа, для этого пройдите в «Testing» → «Select instrument», в выпавшем списке выберите нужный анализатор;
- после этого нажмите «Add» и добавьте 22 образца для 5E-MW6520 и 18 образцов для 5E-MW6520 для в программе;
- затем в появившейся таблице в программном обеспечении выделите строки с зажатой клавишей «Ctrl», которые соответствуют тиглям, которые вы не будете использовать во время анализа и удалите их кнопкой «Delete»;
- для оставшихся строк в столбце «Name» введите имя для каждого анализируемого образца;
- нажмите кнопку «Testing» → «Weight empty crucible» (если данная кнопка неактивна, нажмите «Weight the sample»), система автоматически взвесит пустые тигли, дверца прибора в этот момент должна быть закрыта;

- h) после этого нужно нажать «Testing» → «Weight the sample», при прохождении тигля над весами карусель опускается и устанавливает тигель на штوك весов;
- i) после обнуления массы пустого тигля, открыть дверь анализатора и насыпать в тигель сухой кварцевый песок в соответствии с п. 1 таблицы 4, ориентируясь по показаниям на дисплее анализатора;
- j) песок равномерно распределить по всей поверхности тигля, зафиксировать точное значение его массы m_c (масса сухого кварцевого песка до сушки) по показаниям на дисплее анализатора;
- k) долить в песок с помощью шприца или пипетки дистиллированную воду, равномерно распределяя ее по поверхности песка так, чтобы масса влажного песка ($m_{вл}$) соответствовала таблице 4;
- l) зафиксировать точное значение массы влажного песка ($m_{вл}$) по показаниям на дисплее анализатора в момент нажатия кнопки «Confirm» (в момент нажатия кнопки «Confirm» показания массы влажного песка сохраняются в ПО);
- m) далее анализатор автоматически переместит карусель в позицию с следующим анализируемым тиглем;
- n) повторить пункты (i)-(m) для последующих образцов в соответствии с таблицей 4;
- o) когда все образцы насыпаны и смочены водой, закрыть крышку анализатора и нажать в ПО «Start analysis», анализатор автоматически проведет анализ, по окончании анализа в ПО высветится сообщение;
- p) по завершению анализа считать результаты измерения влажности в образцах $W_{измер}$ из ПО, либо распечатать их на принтере.

Примечания:

1. Измерения массы влажного песка следует производить максимально быстро, чтобы не произошло испарения влаги до фиксирования массы песка, смоченного дистиллированной водой начала процесса сушки из-за разности температур в сушильной камере и окружающего воздуха, что приведет к ошибочным результатам.
2. Каждое измерение необходимо проводить с чистым тиглем комнатной температуры, после каждого измерения обязательно делать перерывы в работе прибора для достижения в камере сушки комнатной температуры.
3. При необходимости операции по отдельным пунктам допускается повторять.

5.5.3 Рассчитывают значения массовой доли влаги $W_{расч}$, %, по формуле:

$$W_{расч} = \frac{(m_{вл} - m_c)}{m_{вл}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $m_{вл}$ – масса влажного кварцевого песка, зафиксированная по показаниям на дисплее анализатора, г

m_c – масса сухого кварцевого песка (до сушки), зафиксированная по показаниям на дисплее анализатора, г.

5.5.4 Абсолютную погрешность измерения массовой доли влаги Δ определяют по формуле

$$\Delta = W_{изм} - W_{расч}, \quad (3)$$

где $W_{изм}$ – значение массовой доли влаги, измеренное анализатором, %;

$W_{расч}$ – значения массовой доли влаги, рассчитанное по формуле (2), %.

Абсолютная погрешность измерения массовой доли влаги при каждом i -ом измерении должна удовлетворять требованиям таблицы 3.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений массовой доли влаги не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности, приведенной в таблице 3.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки признают положительными при условии положительных результатов выполнения всех условий поверки.

6.2 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

6.3 На обратной стороне свидетельства могут быть указаны наибольшие по абсолютной величине значения метрологических характеристик, полученные при поверке.

Знак поверки наносят корпус анализатора, как указано на рисунке 1.



Рисунок 1 – Обозначение места нанесения знака поверки

6.4 В случае отрицательных результатов анализатор для применения не допускается и выдается извещение о непригодности. Выданное ранее свидетельство должно быть аннулировано.