

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

07 2024 г.


Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы воды в жидких продуктах ВАД-40М

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2597-2024**

Руководитель
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 А.В. Колобова

 Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы воды в жидких продуктах ВАД-40М (далее - анализаторы), предназначенные для измерений содержания воды в жидких пробах, производства ООО «МАС», РФ, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к Государственному первичному эталону единицы массы – килограмма ГЭТ 3-2020 с применением средств измерений посредством Государственной поверочной схемы (ГПС), утверждённой приказом Росстандарта от 04.07.2022 года № 1622.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

Примечания:

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.

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.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр СИ	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.2
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия анализаторов метрологическим требованиям	да	да	10

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % не более 80.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с анализаторами и проведению поверки допускаются поверители, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого анализатора (далее – РЭ), инструкцией по применению стандартных образцов (далее – СО) и прошедшие инструктаж по технике безопасности. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства¹, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +15 °C до +25 °C, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более ±3 %, температуры не более ±1,0 °C	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13 в ФИФ ОЕИ)
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 0,1 % и с расширенной относительной неопределенностью	ГСО 8999-2008

¹ Средства поверки выбираются в зависимости от исполнения поверяемого анализатора

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
соответствия СИ метрологическим требованиям	аттестованного значения СО 8 %, при $k=2$, $P=0,95$	
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 0,3 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 5 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9000-2008
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 0,5 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 4 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9001-2008
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 1,0 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 3 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9003-2008
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 2,0 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 2 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9004-2008
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 3,0 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 1 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9005-2008
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 5,0 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 1 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9007-2008
	Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах 6,0 % и с расширенной относительной неопределенностью аттестованного значения СО 1 %, при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9008-2008
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	
	Масло трансформаторное ГК по ТУ 38.1011025-85 или ТКп по ТУ 38.401-58-49-92	
	Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77 кв. х.ч. или ч.д.а.	

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Вспомогательное оборудование и средства		
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Весы лабораторные класса точности «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальным пределом взвешивания не менее 200 г	Весы лабораторные ВЛА-220С-0 (рег. № 73040-18 в ФИФ ОЕИ)
	Весы лабораторные класса точности «высокий» по ГОСТ Р 53228-2008 с максимальным пределом взвешивания не менее 600 г	Весы лабораторные ВК (рег. № 48026-11 в ФИФ ОЕИ)
	Цилиндры мерные вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см ³ по ГОСТ 1770-74	
	Колбы мерные вместимостью 1000 см ³ по ГОСТ 1770-74	
	Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91	

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность;

- стандартных образцов, реактивов (например, масла турбинные марки ТП-22с по ТУ 38.101821-2001), контрольных смесей на основе СО и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реактивы, контрольные растворы) и поверяемого анализатора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений должны быть поверены¹; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационной документации (ЭД) на анализаторы.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализаторов следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;

- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;

- исправность органов управления.

7.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные

¹ Сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

работы:

- проверить соответствие требованиям п. 3.1;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности СО, подготовить СО в соответствии с РЭ;
- выдержать анализаторы при температуре поверки не менее 2 ч;
- подготовить анализаторы к работе в соответствии с РЭ;
- подготовить СО и контрольные смеси (далее – КС) на основе СО (в зависимости от объема и содержания работ по поверке); все СО и контрольные смеси представляют собой двухфазные системы, которые перед использованием необходимо встряхивать не менее 2 минут в герметично закрытой емкости для получения однородной эмульсии.

8.1.2 Проверить наличие действующей градуировочной зависимости массовой или объемной доли воды на измерительном канале, используемом для проведения проверки. В случае ее отсутствия провести градуировку свободного канала согласно РЭ по градуировочным образцам – смесям масла-вода, не входящим в набор для проведения поверки.

8.1.3 КС готовят на основе СО или масла трансформаторного согласно рекомендациям Приложения 1 (обязательное).

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

Проверка работоспособности анализатора производится автоматически при включении электрического питания согласно РЭ (на дисплее демонстрируется обратный отсчет времени).

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени прогрева:

- в соответствии с РЭ на дисплее выводятся сообщения о готовности и необходимости выбора измерительного канала с номером от 1 до 8;
- отсутствуют сообщения об ошибках и неисправностях.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуальную оценку идентификационных данных ПО анализатора (номер версии ПО). Номер версии ПО анализатора выводится на экран при включении анализатора в виде «ВАД-40М v10.X.Y», где «v» - указание на номер версии ПО, а «10.X.Y» - номер версии ПО;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа (см. Описание типа анализаторов) и в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные ПО	Значение					
	Исполнения МЦФА.414613.001, МЦФА.414613.001-01, МЦФА.414613.001-02	Исполнение МЦФА.414613.001-03	Исполнения МЦФА.414613.001-04, МЦФА.414613.001-05, МЦФА.414613.001-06	Исполнение МЦФА.414613.001-07	Исполнение МЦФА.414613.001-08	Исполнение МЦФА.414613.001-09
Идентификационное наименование программного обеспечения	«ВАД-40М v10.8.7»	«ВАД-40М v10.8.8»	«ВАД-40М v10.8.9»	«ВАД-40М v10.8.9»	«ВАД-40М v10.8.9»	«ВАД-40М v10.8.9»

Идентификационные данные ПО	Значение					
	Исполнения МЦФА.414613.001, МЦФА.414613.001-01, МЦФА.414613.001-02	Исполнение МЦФА.414613.001-03	Исполнения МЦФА.414613.001-04, МЦФА.414613.001-05, МЦФА.414613.001-06	Исполнение МЦФА.414613.001-07	Исполнение МЦФА.414613.001-08	Исполнение МЦФА.414613.001-09
Цифровой идентификатор программного обеспечения	VAD10_8_7.hex	VAD10_8_8.hex	VAD10_8_9.hex	VAD10_9_0.hex	VAD10_9_1.hex	VAD10_9_2.hex
Номер версии (идентификационный номер) ПО*	10.X.Y	10.X.Y	10.X.Y	10.X.Y	10.X.Y	10.X.Y
<p>* На дисплее анализатора номер версии указывается после символа «v» или «v.» в виде «10.X.Y», где «10» обозначает метрологически значимую часть ПО, а X и Y (арабские цифры от 0 до 9) описывают метрологически незначимые модификации ПО, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.).</p>						

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО анализаторов считают положительным, если идентификационные данные (номер версии ПО) соответствуют указанным в таблице 3.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Значение массовой (объемной) доли воды в используемых для поверки СО и КС выбирают таким образом, чтобы они примерно соответствовали началу, середине и концу диапазона измерений поверяемого анализатора. Для проведения поверки анализаторов в исполнениях МЦФА.414613.001, МЦФА.414613.001-02, МЦФА.414613.001-04 и МЦФА.414613.001-06 (диапазон измерений массовой (объемной) доли воды в жидких пробах от 0,0 % до 25,0 %) используются СО из таблицы 2 и/или КС из таблицы 1 или из таблицы 2 Приложения 1. Для проведения поверки анализаторов в исполнениях МЦФА.414613.001-01, МЦФА.414613.001-05, МЦФА.414613.001-08 и МЦФА.414613.001-09 (диапазон измерений массовой (объемной) доли воды в жидких пробах от 0,0 % до 99,9 %) используются КС из таблицы 2 Приложения 1. Для проведения поверки анализаторов в исполнениях МЦФА.414613.001-03 и МЦФА.414613.001-07 (диапазон измерений массовой (объемной) доли воды в жидких пробах от 0,00 % до 1,00 %) используются СО из таблицы 2.

10.2 Выбирают канал измерения. Для этого в режиме готовности анализатора к работе с помощью клавиатуры вводят номер канала и подтверждают выбор нажатием клавиши «Enter» (в соответствии с РЭ для поверки используют канал 7 или 8). После установления связи с каналом анализатор готов к работе.

10.3 Заполняют первой порцией СО или контрольной смеси ячейку анализатора до полного погружения центрального стержня (обкладка ячейки-конденсатора) или до появления излишка жидкости в трубке ячейки.

Дожидаются стабилизации показаний (2 или 3 минуты), фиксируют результат измерений массовой (объемной) доли воды. Повторяют измерения для второй порции СО или контрольной

смеси.

После опорожнения ячейки протирают датчик впитывающим жидкость материалом (салфетки, ткань ХБ), сушат и выполняют измерение следующей пробы.

10.4 Рассчитывают приведенную погрешность измерений массовой (объемной) доли воды для каждого измерения по формуле

$$\Delta_i = \frac{x_i - x_{\text{атт}}}{X_N} \cdot 100, \quad (1)$$

где x_i – результат i -ого измерения массовой (объемной) доли воды, %;

$x_{\text{атт}}$ – действительное (расчетное) значение массовой доли воды в СО или КС, %;

X_N – нормирующее значение, равное верхнему пределу диапазона измерений, %.

10.5 Результаты операций поверки считают положительными, если полученные значения приведенной погрешности не превышают пределов, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Пределы допускаемой приведенной погрешности анализатора

Наименование характеристики	Значение		
	Исполнения МЦФА.414613.001 МЦФА.414613.001-02 МЦФА.414613.001-04 МЦФА.414613.001-06	Исполнения МЦФА.414613.001-01 МЦФА.414613.001-05 МЦФА.414613.001-08 МЦФА.414613.001-09	Исполнения МЦФА.414613.001-03 МЦФА.414613.001-07
Пределы допускаемой приведенной погрешности*, %	±2,5		±10

* нормирующее значение – верхний предел диапазона измерений

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении 2.

11.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора или лица, представившего СИ на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах анализаторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора или лица, представившего СИ на поверку, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) или в паспорт анализатора.

Приготовление контрольных смесей (КС)

Посуда, реактивы, материалы:

- Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77 кв. х.ч. или ч.д.а.;
- Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
- Стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах ГСО 8999-2008 ВН-ВНИИМ (0,1);
- Масло трансформаторное ГК по ТУ 38.1011025-85 или ТКп по ТУ 38.401-58-49-92 (Предельно допустимое содержание воды - не более 0,0025 %);
- Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 см³ по ГОСТ 1770-74;
- Колбы мерные вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;
- Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91;
- Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +15 °С до +25 °С, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более ±3 %, температуры не более ±1,0 °С;
- Весы лабораторные класса точности «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальным пределом взвешивания не менее 200 г;
- Весы лабораторные класса точности «высокий» по ГОСТ Р 53228-2008 с максимальным пределом взвешивания не менее 600 г.

Приготовление КС проводят при температуре от 15 °С до 25 °С.

Приготовление раствора натрия хлористого: растворяют навеску 1,0 г натрия хлористого в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Массовую долю воды в данном растворе принимают за 100 %

1) Приготовление КС с заданным значением массовой доли воды в диапазоне от 0 до 25 %

Смеси со значениями массовой доли воды 10,0 %, 19,9 % и 24,9 % готовятся на основе ГСО 8999-2008 ВН-ВНИИМ (0,1).

В контейнер из темного стекла с закручивающейся пробкой вместимостью не менее 500 см³ вносят содержимое одного или двух флаконов СО. Массу внесённого СО определяют, как разность между массой полного и пустого флакона(ов). В контейнер вносят навески раствора натрия хлористого в соответствии с таблицей 1. Расчётные значения массовой доли воды в получившейся смеси приведены в таблице 1.

Таблица 1

№ смеси	Масса СО $m_{\text{со}}$, г	Масса раствора натрия хлористого $m_{\text{воды}}$, г	Расчётное значение массовой доли воды в смеси С, %
1	50	16,5	10,0
2	150	37,50	19,9
3	150	49,50	24,9

Расширенная относительная неопределенность приготовления смесей при $k=2$ и $P=0,95$ не превышает 0,1 %.

2) Приготовление КС с заданными значениями объемной доли воды в диапазоне от 0 % до 99,9 %

В мерную колбу вместимостью 500 см³ для смесей №№ 1-2 пипетками вносят заданные объёмы раствора натрия хлористого в соответствии с таблицей 2 и доводят до метки маслом. Для смесей №№ 3-8 вносят заданные объёмы раствора натрия хлористого, измеренные цилиндрами мерными вместимостью 50, 100, 250, 500 см³ по ГОСТ 1770-74 в соответствии с таблицей 2 и доводят до метки маслом. Для КС № 9 пипеткой вносят заданный объём масла в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки раствором натрия хлористого.

При приготовлении КС с заданными значениями массовой доли воды в диапазоне от 0 % до 99 % берут навески масла и раствора натрия хлористого в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

№ смеси	Объём/масса масла, см ³ /г	Объём/масса раствора натрия хлористого, см ³ /г	Расчётное значение объёмной/массовой доли воды в смеси С, %
1	495	5	1,0
2	475	25	5,0
3	450	50	10,0
4	400	100	20,0
5	375	125	25,0
6	250	250	50,0
7	100	400	80,0
8	50	450	90,0
9	0,5	499,5	99,9

Расширенная относительная неопределенность приготовления КС не превышает 2 %.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Анализатор воды в жидких продуктах ВАД-40М, заводской № _____

Документ на поверку: МП 242-2597-2024 «ГСИ. Анализаторы воды в жидких продуктах ВАД-40М. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура, °C _____,

относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра

Результаты опробования

Результаты проверки ПО

Определение метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты измерений массовой (объемной) доли воды

№	Значение массовой (объемной) доли воды в СО или КС, %	Результат измерений, %	Приведенная погрешность измерений, %
1			
2			
3			

Результат проведения поверки:

Поверитель: