

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



В.К. Гоголинский
22 сентября 2016 г.

Анализаторы влажности кулонометрические Aquatax KF

Методика поверки

МП-242-1961-2016

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
А.Б.Копыльцова

Санкт-Петербург
2016

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влажности кулонометрические Aquatax KF (далее – анализатор), изготовленные фирмой ООО «Петролеум технолоджи», РФ, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2.	Опробование	6.2	Да	Да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	Да	Да
4.	Определение относительной погрешности анализатора	6.4	Да	Да
5.	Оформление результатов поверки	8	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены следующие средства измерений:

2.1. Стандартный образец массовой доли воды в нефтепродуктах и органических жидкостях ГСО 9922-2011 или стандартный образец массовой доли воды в органических жидкостях ГСО 9088-2008 или стандартный массовой концентрации воды в органической жидкости ГСО 9233-2008. Метрологические характеристики СО представлены в таблице 2.

Таблица 2

Номер СО	Наименование СО	Аттестованное значение массовой доли воды, %	Границы относительной погрешности, %
9922-2011	ВФ-ПА-2	0,1-0,5	± 1,5
9088-2008	вф-вниим-0.01	0,010-0,015	± 2,5
9233-2009	МТ-НWS-1.0	0,1000	± 2,0

или

2.2. Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805-84.

2.3. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

2.4. Весы лабораторные аналитические специального класса точности с пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 53228-2008;

или

2.5. Микрошприцы, например МШ-10 по ТУ 4215-002-84030495-200 Федеральный Информационный Фонд РФ № 8235-10 или пипетки-дозаторы переменного объема, обеспечивающие дозирование в ячейку объема дистиллированной воды 10 мкл (9.982 мг при 20 ± 2 °С) с пределом допускаемой погрешности не более 1% (например TopPette, MicroPette, MicroPette Plus)¹;

¹ Используются для дозирования дистиллированной воды по объему. В случае дозирования по объему весы не применяются.

2.6. Допускается применять вновь разработанные или находящиеся в обращении другие средства измерений и СО, удовлетворяющие по точности требованиям настоящей методики.
Все средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующие знаки поверки, стандартные образцы действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки прибора.

3.3. Для получения данных, необходимых для поверки допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 80 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

5.1 При подготовке анализатора к поверке, его выдерживают 1 час при температуре поверочного помещения.

5.2 Анализатор готовят к поверке, проведя его сборку в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

5.3 Заполняют титрационную ячейку анализатора соответствующим катодным и анодным реагентами формулы Соu-10 и прогревают анализатор в течение 1 часа.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра;

- исправность органов управления;

- четкость всех надписей на кнопках управления;

- наличие эксплуатационной документации;

- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;

- наличие на приборе обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Спектрометр считается выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.6.1.

6.2. Опробование.

Опробование проводится в автоматическом режиме. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания он проходит все внутренние тесты и на дисплее появляется окно с главным меню программы управления. После включения, подготовки, прогрева и тестирования прибор автоматически переходит в режим ожидания.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально: номер версии ПО отображается в левом нижнем углу экрана.

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии соответствует указанному в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Номер версии ПО, не ниже	2.7 g и выше

6.4. Определение метрологических характеристик.

Определение СКО случайной составляющей погрешности и относительной погрешности анализатора при измерении массовой доли воды в нефтепродуктах проводят на стандартном образце, предварительно подготовленном в соответствии с его инструкцией по применению.

6.4.1. Определение СКО относительной погрешности анализатора проводится по результатам 5 измерений массовой доли воды в одном СО. Допускается определение СКО с использованием спирта изопропилового абсолютированного. Шприц для образца предварительно промывают небольшими порциями образца не менее двух раз. Образец набирают в шприц в количествах, достаточных для проведения не менее 5 измерений во избежание изменения влажности из-за абсорбции влаги из окружающей среды. Вводят аликвоты образца по массе (примерно 0,2-0,5 г) или по объему в титрационную ячейку анализатора. Массу образца определяют как разность показаний весов до и после дозирования. Значение массы образца выводят вручную на дисплее анализатора. Далее нажимают клавишу «НАЖАТЬ СТАРТ».

СКО случайной составляющей погрешности рассчитывают по формуле:

$$\sigma = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} * 100$$

где

$$\bar{X} \equiv \frac{1}{n} \cdot \sum X_i;$$

X_i - результат i -го измерения содержания воды в образце, (мкг, ppm или %).

n - число измерений.

Результаты определения СКО случайно составляющей погрешности признают положительными, если СКО не превышает 1,0 %.

6.4.2. Относительную погрешность анализатора определяют с использованием СО². Проводят два последовательных измерения. Если определение СКО проводилось по СО, допустимо использование двух результатов по п. 6.4.1. Относительную погрешность δ (%) рассчитывают по формуле:

² Допускается определять относительную погрешность анализатора по дистиллированной воде. Для этого чистый воздушносухой микрошприц вместимостью 10 мкл промойте дистиллированной водой не менее трех раз, поочередно заполняя и опорожняя шприц. Заполните шприц дистиллированной водой не допуская попадания пузырьков воздуха. Взвесьте шприц и введите содержимое в титровальную ячейку. Выполните анализ.

В случае пипетки-дозатора с помощью регулятора дозируемых объемов пипетки установите объем аликвоты 10 мкл, промойте пипетку дистиллированной водой не менее трех раз, поочередно заполняя и опорожняя ее. Введите аликвоту воды в ячейку (длительность операции ввода не должна превышать 5 с). Выполните анализ.

$$\delta = \frac{X_{\max} - X_{\text{ГСО}}}{100}$$

где

X_{\max} – результат измерений, (мкг, ppm или %);

$X_{\text{ГСО}}$ – аттестованное значение массовой доли влаги в СО, (мкг, ppm или %).

6.4.3. За значение относительной погрешности принимается максимальное значение, полученное по п.6.4.2. Результаты определения признают положительными, если относительная погрешность анализатора не превышает 5,0 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом, рекомендуемая форма которого приведена в приложении А.

7.2. При положительном результате первичной/периодической поверки выдается свидетельство о поверке. Знак поверки наносится на лицевую сторону свидетельства о поверке). Место для нанесения знака поверки находится на корпусе прибора (в случае, если условия эксплуатации прибора не обеспечивают сохранность знака поверки в течение всего межповерочного интервала допускается наносить знак поверки на свидетельство о поверке).

7.3. При отрицательных результатах поверки анализатор к эксплуатации не допускается и выдается извещение о непригодности.

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ № _____ от _____ поверки анализатора

Наименование _____

Номер _____

Дата выпуска _____

Принадлежит _____

Поверка проводится согласно документу МП-242-1961-2016 «Анализаторы влажности кулонометрические Aquatax KF. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 22.09.2016 г.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результаты определения:

Таблица 1

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения

Результаты определения СКО случайной составляющей погрешности и относительной погрешности анализатора:

Поверитель _____

Дата : _____