

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»**



Е.П. Собина

16 " 09 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы влаги COMPUTRAC Vapor Pro XL

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 64-241-2021

**Екатеринбург
2021**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.

3 СОГЛАСОВАНА и.о.директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в сентябре 2021 г.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Государственная система обеспечения единства измерений
Анализаторы влаги COMPUTRAC Vapor Pro XL
Методика поверки

МП 64-241-2021

Дата введения в действие: сентябрь 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влаги COMPUTRAC Vapor Pro XL, производства фирмы «АМЕТЕК Brookfield», США (далее - анализаторы).

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к
– государственному первичному эталону единиц содержания воды ГЭТ 173-2017 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 2832 от 29 декабря 2018 г.;

– государственному первичному эталону массы ГЭТ 3-2020 согласно государственной поверочной схеме массы, утвержденной приказом Росстандарта № 2832 от 29 декабря 2018 г.

1.3 Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованием настоящей методики. Периодичность поверки - 1 раз в год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:
Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения предоставления содержащихся в нём документов и сведений»

Приказ Минпромторга от 15.12.2015 г. № 4091 «Об утверждении порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ 8736-2014 Песок для строительных работ. Технические условия

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

МИ 2531–99 Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации.

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	7.1	да	да
2 Опробование	7.2	да	да
3 Подготовка к измерениям	7.3	да	да
4. Проверка метрологических характеристик анализатора	7.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение поверки анализаторов, используемых на меньшем числе показателей и поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца анализаторов, оформленного в произвольной форме.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 5 до 40
- относительная влажность воздуха, %, не более
 - при температурах от 5 °С до 30 °С 80
 - при температурах от 30 °С до 40 °С 50

5 Требования к специалистам, осуществляющих поверку

5.1 Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
Стандартные образцы массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды (влаги) в твердых и жидких веществах и материалах (ГСО 10977-2017, 10980-2017, ГСО 10979-2017, ГСО 10911-2017)	Диапазон аттестованных значений содержания воды от 0,01 до 100 %. Доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения не более 5 % при P= 0,95.
Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, поверенные в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г.	Класс точности I (специальный), Дискретность взвешивания 0,01 мг Предел взвешивания – не менее 2 г.
Средства измерений и оборудование	Предусмотренные процедурой контроля погрешности МВИ влажности конкретного вещества при поверке по 6.3 МИ 2531.
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и влажности окружающего воздуха не менее требуемых по п. 5

6.2. Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений - поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

7 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре должны быть установлены:

- соответствие внешнего вида и маркировочной таблички анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности анализатора (за исключением запасных и других частей, не влияющих на метрологические характеристики);
- отсутствие каких-либо внешних дефектов, препятствующих нормальной работе анализатора.

При установлении дефектности, препятствующей нормальному использованию анализатора, его бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к измерениям

Для подготовки к измерениям на анализатор подается питание за 30 минут до начала проведения поверки. Проводят проверку работы анализатора при проведении измерений воды с применением капилляров объемом 1 мкл в соответствии с разделом «Калибровка и проверка системы» Руководства по эксплуатации. Режимы работы анализатора устанавливаются по Приложению А.

9.2 Опробование

Подключить анализатор к сети питания. После включения автоматически выполняется самотестирование анализатора. Дожидаются успешного завершения самотестирования. Изображение цифр и символов должно быть четким. Анализатор бракуют при нечеткой работе сегментов индикаторного табло и (или) органов управления.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Анализаторы оснащены встроенным программным обеспечением (ПО). ПО анализатора идентифицируется при включении анализатора – наименование и номер версии ПО высвечивается на дисплее анализатора при включении.

Программное обеспечение анализатора заложено в микроконтроллере в процессе производства и защищено от доступа и изменения. Идентификационные данные ПО приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	COMPUTRAC Vapor Pro
Номер версии ПО	не ниже 1.00
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности анализатора

Проверка метрологических характеристик анализатора может быть осуществлена двумя способами:

– с применением стандартных образцов массовой доли воды (влаги) в твердых и жидких веществах и материалах, соответствующих государственной поверочной схеме для средств измерений содержания воды, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г.;

– с применением эталонов, заимствованных из других поверочных схем (воды и весов неавтоматического действия, поверенных в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г.).

Допускается комбинирование способов поверки.

11.2 Проведение поверки с применением воды и весов неавтоматического действия

Определение относительной погрешности и относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды следует проводить в трех точках поддиапазона массовой доли воды (влажности). Необходимо использовать модельные пробы влажных веществ, составленные из промытого речного песка по ГОСТ 8736 и воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144 в соотношениях, близких к значениям таблицы 4.

Выбирают программу соответствующую типу ГСО. Берут сухую и чистую виалу, помещают в нее расчетное количество ГСО, закрывают крышкой с септой, помещают в держатель с виалой и запускают анализ. Режимы устанавливают в соответствии с Приложением А.

Выполняют следующие основные операции:

- дождаться, пока состояние системы перейдет в “READY” на главном экране;
- тарировать пустую виалу на весах, заполнить пробирку образцом по таблице 4;
- нажать [TEST] и следовать всплывающим подсказкам анализатора, а также раздела 16 «Выполнение измерений» РЭ;
- взвесить виалу с образцом и ввести вес;
- установить виалу с образцом и запустить процесс анализа;
- когда прибор завершает анализ раздастся звуковой сигнал.

Повторить операции а) – ф) для получения не менее 5 результатов параллельных измерений X в каждой точке, при этом точек диапазона следует выбрать не менее 4.

Таблица 4 – Соотношение массы речного песка и дистиллированной воды в модельных пробах

№ п/п	Масса песка, г	Масса воды, $m_{\text{воды}}$, г	Расчетная масса образца, m_0 , г	Расчетная массовая доля воды в образце, %
1	0	1	1	100,00
2	1	0,1	1,1	9,09
3	0,8	0,2	1	20,00
4	0,1	0,1	0,2	50,00
5	0,4	0,01	0,41	2,44

Для каждого измерения уточняют расчетное значение массовой доли влаги (влажности), с учетом реальных масс навесок песка и воды, взятых на анализ по формуле

$$X_{Pi} = \frac{m_{\text{воды}i}}{m_{0i}} \cdot 100, \quad (1)$$

где X_{Pi} – расчетное значение массовой доли влаги, %,

m_{0i} – суммарная расчетная масса пробы, взятой на анализ, г,

$m_{\text{воды}i}$ – значение массы воды, помещенной в пробу, г.

11.3 Проведение поверки с применением стандартных образцов массовой доли воды в твердых и жидких веществах и материалах

Для проверки метрологических характеристики анализаторов используют не менее двух стандартных образцов. Проводят не менее пяти измерений влажности в каждом стандартном образце в порядке, указанном в 11.2.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для каждого модельного вещества, приготовленного с учетом таблицы 4, рассчитывают значения абсолютной ($\Delta_i, \%$) и относительной ($\delta_i, \%$) погрешности измерений по формулам:

$$\Delta_i = X_i - X_{Pi}, \quad (2)$$

$$\delta_i = \frac{\Delta_i}{X_{Pi}} \cdot 100\%. \quad (3)$$

При проведении поверки с применением эталонов, заимствованных из других поверочных схем анализатор считают прошедшим поверку при условии, что результаты, полученные по (3) отвечают требованиям таблицы 5.

Таблица 5 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли воды, %	от 0,001 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли воды, %, в поддиапазонах измерений: от 0,001 до 0,1 % включ. св. 0,1 до 100 % включ.	± 15 ± 10
Пределы допускаемого относительного среднеквадратичного отклонения результатов измерений массовой доли воды, % в поддиапазонах измерений: от 0,001 до 0,1 % включ. св. 0,1 до 100 % включ.	5 3

12.2 Для результатов измерений, полученных с применением стандартных образцов, для каждой точки диапазона рассчитывают среднее арифметическое (\bar{X}_j), среднеквадратическое отклонение результатов измерений по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (4)$$

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}. \quad (5)$$

Рассчитывают значения абсолютной ($\Delta_i, \%$) и относительной ($\delta_i, \%$) погрешности измерений аналогично, как при обработке результатов, полученных с применением эталонов, заимствованных из других поверочных схем, по формулам (1) и (2).

При проведении поверки с применением стандартных образцов массовой доли воды (влаги) в твердых и жидких веществах и материалах анализатор считают прошедшим поверку при условии, что результаты относительной погрешности, полученные по (3) и среднеквадратическое отклонение, полученное по (5), отвечают требованиям таблицы 5 и Описания типа.

12.3 В процессе эксплуатации при наличии специально разработанной методики (метода) измерений, аттестованной в соответствии с Приказом Минпромторга от 15.12.2015 г.

№ 4091, определение абсолютной погрешности анализатора допускается проводить по МИ 2531 с использованием рабочих проб, при соблюдении требований запаса по точности и прослеживаемости.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г. № 2510.

13.4 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 г. № 2906.

Разработчик:
Зав. лабораторией 241
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



М.Ю.Медведевских

**Приложение А
(обязательное)**

Режимы измерений стандартных образцов, устанавливаемые на анализаторе

Таблица А.1 – Рекомендуемые режимы измерений стандартных образцов

Режим работы анализатора	Юстировка с помощью капилляра с водой	ГСО 10980-2017	ГСО 10979-2017 ГСО 10911-2017	Холостая проба ГСО 10979-2017	ГСО 10977-2017 (WATER STANDARD 0,01 %)	Холостая проба ГСО 10977-2017
SAMPLE NAME	KAPILLAR	GSO OVEN 5.10	GSO OVEN 15.7	BLANK 10979	GSO L-0,01	BLANK L-0,01
VIAL PURGE	35s	120s	0s	0s	0s	0s
RESIDUAL VIAL MOISTURE	0µg	0µg	387µg *	0µg	387µg *	0µg
SAMPLE PROMT	LOAD KAPILLAR	0,04-0,07 g GSO 5.10	0,03-0,07 g GSO 15.7	BLANK FLAKON	4-5g	BLANK FLAKON
SAMPLE WEIGT ENTRY	Manual	Manual	Manual	Manual	Manual	Manual
TEST TEMPERATURE	175	160	160	160	200	200
COLD START	Off	Off	Off	Off	Off	Off
END ON	Rate	Time-Rate	Time-Rate	Time-Rate	Time-Rate	Time-Rate
RATE	0,1µg/s	0,5µg/s	0,02µg/s	0,02µg/s	0,05µg/s	0,05µg/s
TIME	-	5 min	5 min	5 min	-	-
RESULT	µg H ₂ O	%H ₂ O	%H ₂ O	µg H ₂ O	%H ₂ O	µg H ₂ O

Примечание к таблице А1 – Холостая проба - количество влаги в пустом флаконе (зависит от размеров флакона и влажности воздуха) определяется экспериментально перед проведением анализа ГСО по программе с теми же параметрами, что и при определении ГСО, за исключением формулы расчета результата определения.

Режимы, приведенные в таблице А1, носят характер рекомендации и могут быть изменены. При изменении температуры определения следует подобрать критерий остановки на основе анализа кривой выпаривания воды.