

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




Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ ВЛАЖНОСТИ
ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЕ МА**


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2301-0169-2018

Руководитель лаборатории госэталонов
и научных исследований в области
измерений массы и силы ГЦИ СИ
ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.Ф. Остривной

Разработчик


Н.Н. Соловьева

г. Санкт-Петербург
2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции и средства поверки	3
2	Требования безопасности	4
3	Условия поверки	4
4	Требования к квалификации поверителей	4
5	Подготовка к поверке	5
6	Проведение поверки	5
6.1	Внешний осмотр	5
6.2	Подтверждение соответствия программного обеспечения	5
6.3	Опробование	6
6.4	Определение метрологических характеристик	6
6.4.1	Калибровка / юстировка весоизмерительного блока	6
6.4.2	Определение абсолютной погрешности показаний весоизмерительного блока после выборки массы тары	6
6.4.3	Определение абсолютной погрешности измерений влажности (массовой доли влаги) образца	6
7	Оформление результатов поверки	8
	Приложение А. Форма протокола поверки анализатора влажности	9

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влажности термогравиметрические МА модификаций МА 60, МА 200, МА 50/1, МА 50, МА 110, МА 210 (далее - анализаторы влажности), изготовленные RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE Witold Lewandowski, Польша, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки

Интервал между поверками - 1 год.

1 Операции и средства поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Средства поверки и их технические характеристики	Обязательность проведения операции при первичной и периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	-	да
2. Проверка соответствия программного обеспечения	6.2	-	да
3. Опробование	6.3	-	да
4. Определение метрологических характеристик:	6.4		
4.1 Калибровка / юстировка весоизмерительного блока	6.4.1	Гири эталонные 3-го разряда по ГОСТ 8.021	да
4.2 Определение абсолютной погрешности показаний весоизмерительного блока после выборки массы тары	6.4.2	Гири эталонные 3-го разряда по ГОСТ 8.021	да
4.3 Определение абсолютной погрешности измерения влажности (массовой доли влаги) образца	6.4.3	песок кварцевый по ГОСТ 4417; вода дистиллированная по ГОСТ 6709	да

Примечание: Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

1.2 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

1.3 Пределы допускаемых значений метрологических характеристик анализаторов влажности указаны в таблице 2.

Таблица 2

Наименование характеристик	Значения характеристик для модификаций:					
	МА 50/1	МА 60	МА 50	МА 110	МА 200	МА 210
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений влажности, %, в интервалах массы анализируемого образца: от 1 г до 4 г включ. св 4 г	± 0,2 ± 0,06					
Пределы допускаемой погрешности показаний блока весоизмерительного после выборки массы тары, мг, в интервалах взвешивания: от 0,01 г до 50 г включ. от 0,02 г до 50 г включ. св 50 г до 60 г включ. св 50 г до 110 г включ. св 50 г до 200 г включ. св 200 г до 210 г включ.	±0,5	±0,5 ±1	±5	±5 ±10	±5 ±10	±5 ±10 ±15

2 Требования безопасности

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.

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве пользователя на анализаторы влажности, а также правилам техники безопасности при работе на электроустановках.

3 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.

4 Условия поверки

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- предельные значения температуры, °Сот +15 до +25
- относительная влажность воздуха, %, без конденсацииот 40 до 80

3.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать вибрации и сильные потоки воздуха, мешающие нормальной работе анализатора влажности

5 Подготовка к поверке

При подготовке к проведению поверки должны быть выполнены следующие операции:

5.1 Перед проведением поверки анализатор влажности следует выдержать в помещении не менее 2 часов, затем во включенном в сеть состоянии – 60 минут.

5.2 Анализатор влажности следует подготовить к поверке в соответствии с Руководством пользователя.

5.3 Подготовить материалы, необходимые для проведения поверки:

Кварцевый песок просеять через сито с диаметром отверстий 1-1,5 мм и отмыть питьевой водой, высушить и прокалить. Подготовленный песок хранить в плотно закрытой банке.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют:

- комплектность поверяемого анализатора влажности на соответствие требованиям Руководства пользователя;

- отсутствие видимых повреждений и дефектов, ухудшающих внешний вид анализатора влажности и препятствующих его применению;

- наличие и исправность заземления, знаков безопасности и необходимой маркировки.

При подготовке анализатора влажности к измерениям следует выставить его по уровню в соответствии с Руководством пользователя.

6.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из следующих этапов:

- проверяется пломбировка анализатора влажности;

- определяется номер версии программного обеспечения;

6.2.1 Проверка пломбировки анализатора влажности.

При проверке пломбировки анализатора влажности проверяется наличие и целостность контрольной этикетки, установленной на корпусе анализатора влажности и защищающей от несанкционированного доступа. На этикетке нанесен товарный знак предприятия –изготовителя. При попытке несанкционированного доступа контрольная этикетка разрушается.

6.2.2 Определение номера версии программного обеспечения (идентификационного номера ПО).

(В анализаторах варианта исполнения 3У используются два программных обеспечения: ПО блока весоизмерительного и ПО терминала).

Проверка целостности ПО анализатора влажности осуществляется путем просмотра номера версии ПО в меню в разделе «Информация о системе» и на дисплее анализатора (перед подтверждением команды на выключение).

Идентификационный номер/номера версии ПО должен/должны соответствовать значению, приведенному в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Варианты исполнения анализатора влажности		
	3У	X2	R2
Идентификационное наименование ПО	Radwag	Radwag	Radwag
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	блока весоизмерительного: 2.7.1МАУ терминала: NL 1.8 W	2.2.0	1.2.4

6.2.3 Результаты подтверждения соответствия программного обеспечения заносят в таблицу Протокола поверки (Приложение А.)

Форма таблицы приведена ниже:

Таблица 4

Вид проверки	Результат проверки (соотв./не соотв.), № версии ПО
Проверка пломбировки анализатора влажности	
Определение номера версии ПО анализатора влажности	

6.3 Опробование

При опробовании следует проверить соответствие функционирования всех узлов анализатора влажности, функциональных клавиш и программного обеспечения требованиям, изложенным в Руководстве пользователя.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Калибровка / юстировка весоизмерительного блока.

Выполнить калибровку / юстировку в соответствии с Руководством пользователя.

6.4.2 Определение абсолютной погрешности показаний весоизмерительного блока после выборки массы тары

Установить в держатель чашки анализатора влажности чашку, обнулить показания.

После появления нулевых показаний следует последовательно нагружать и разгружать анализатор влажности эталонными гирями от минимальной нагрузки (Min) до максимальной нагрузки (Max).

Гири устанавливаются центрально-симметрично на чашке. Должны быть использованы не менее 5 значений нагрузок, приблизительно равномерно делящих диапазон измерений. Значения выбранных нагрузок должны включать Min, Max и значение нагрузки 50 г, при которой изменяются пределы допускаемой погрешности.

Абсолютную погрешность вычисляют как разность показаний блока весоизмерительного и действительных значений массы гирь.

Результаты измерений и вычислений заносят в Протокол поверки (Приложение А).

6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерений влажности (массовой доли влаги).

Определение абсолютной погрешности измерения влажности следует производить с использованием кварцевого песка и дистиллированной воды.

6.4.3.1 Установка параметров сушки

Установить в соответствии с Руководством пользователя :

- температуру сушки 160 °С;
- критерий остановки измерений «АУТО», когда момент выключения определяется исходя из текущей скорости потери массы (изменение содержания влаги за 30 секунд 0,01 %).
- режим, при котором определяется влажность по отношению к первоначальной массе образца, до высушивания, при этом анализатор влажности выполняет расчет по формуле

$$W_{измер} = \frac{(m_{вл} - m_{с кон})}{m_{вл}} \cdot 100\% \quad (1)$$

где $W_{измер}$ – относительная влажность, вычисленная анализатором влажности, %

$m_{вл}$ – исходная (начальная) масса влажного образца, г

$m_{с кон}$ – масса образца конечная после сушки, г.

6.4.3.2 Определение абсолютной погрешности измерения влажности (массовой доли влаги) образца

Установить в держатель чашки анализатора влажности чашку, обнулить показания нажатием клавиши «0/T». На дисплее появляются нулевые показания и изображение, предлагающее установить на чашку образец. Насыпать кварцевый песок в количестве $(3 \pm 0,1)$ г, ориентируясь по показаниям анализатора влажности. Песок равномерно распределить по всей поверхности чашки, зафиксировать точное значение его массы $m_{с\ нач}$ (начальная масса сухого песка) и записать в Протокол (Приложение А). Долить в песок с помощью шприца или пипетки дистиллированную воду, равномерно распределяя ее по поверхности песка, доводя общую массу смеси до 4 г, не более.

Зафиксировать точное значение массы кварцевого песка, смоченного водой $m_{вл}$ (масса влажного песка), и записать в протокол. Закрывать крышку анализатора. Сушка начинается автоматически.

Измерения массы влажного песка следует производить максимально быстро, чтобы не произошло испарения влаги до начала работы сушильной камеры из-за разности температур в сушильной камере и окружающего воздуха, что приведет к ошибочным результатам.

Выполнить расчет влажности $W_{расч}$ по формуле

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

где $W_{расч}$ – влажность, рассчитанная испытателем, %.

$m_{с\ нач}$ – начальная масса сухого образца (до сушки), г.

$m_{вл}$ – исходная (начальная) масса влажного образца, г

По окончании сушки, когда раздастся звуковой сигнал, следует записать показания анализатора влажности $W_{измер}$ в протокол.

Абсолютную погрешность измерения влажности Δ определяют по формуле:

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

6.4.3.3 Повторить операции по п. 6.3.3.2 дважды.

6.4.3.4 Выполнить операции, аналогичные п. 6.3.3.2, используя кварцевый песок массой $(10 \pm 0,1)$ г и дистиллированную воду, доводя общую массу смеси до 12 г, не более.

6.4.3.5 Повторить операции по п. 6.3.3.2 дважды.

Показания анализатора влажности, результаты измерений и расчетов заносят в Протокол (Приложение А).

Анализатор влажности считается прошедшим поверку, если подтверждается соответствие программного обеспечения; абсолютная погрешность показаний блока весоизмерительного после выборки массы тары и максимальная абсолютная погрешность измерения влажности (массовой доли влаги) образца не превышают пределов допускаемых значений, приведенных в таблице 2 Методики поверки.

7 Оформление результатов поверки

7.1 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке. Знак поверки наносят на корпус анализатора влажности.

7.2 В случае отрицательных результатов анализатор влажности к применению не допускается и выдается извещение о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

Форма Протокола поверки анализатора влажности

ПРОТОКОЛ № _____ от _____ 20 ____ г.

поверки анализатора влажности термогравиметрического

Заказчик:			Условия проведения поверки		
Тип анализатора влажности, модификация		Зав. №		t, °C	
Средства измерения и материалы		Зав. №		h, %	
МП 2301-0169-2017 «Анализаторы влажности термогравиметрические МА. Методика поверки					

1 Подтверждение соответствия программного обеспечения ПО анализатора влажности термогравиметрического

Вид проверки	Результат проверки (соотв / не соотв), № версии ПО
Проверка пломбировки анализатора влажности	
Проверка номера версии ПО анализатора влажности	

2. Определение абсолютной погрешности показаний блока весоизмерительного после выборки массы тары

№ измерения	Тара (обнулить)	Действительные значения массы гирь, г	Показания блока весоизмерительного		Абсолютная погрешность показаний блока весоизмерительного		Пределы допуск. абсолют. погрешности показаний, мг
			при возраст. нагрузке, г	при убыв. нагрузке, г	при возраст. нагрузке, мг	при убыв. нагрузке, мг	
1	Чашка для образца						
2							
3							
4							
5							

Наибольшая абсолютная погрешность блока весоизмерительного после выборки массы тары в интервалах взвешивания:

от 0,01 г до 50 г включ. _____

от 0,02 г до 50 г включ. _____

св. 50 г до 60 г/110 г/200 г включ. _____

св 200 г до 210 г включ. _____

продолжение
ПРОТОКОЛ № _____

3. Определение абсолютной погрешности измерений влажности (массовой доли влаги)

Масса сухого песка начальная, Г, $m_{с\ нач}$	Масса влажного песка, Г, $m_{вл}$	Расчетное значение влажности (массовой доли влаги), % $W_{расч} = \frac{(m_{вл} - m_{с\ нач})}{m_{вл}} \cdot 100\%$	Показание анализатора после высушивания образца, %, $W_{измер.}$	Абсолютная погрешность измерений влажности, %, $\Delta = W_{изм} - W_{расч}$	Пределы допускаемой абсолютн. погрешности измерений влажности %
					±0,2
					±0,06

соотв

не соотв

Поверитель _____

(подпись)

_____ (фамилия)

Дата: "___" _____ 20 г