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»
_____ Д.Т. Пушнин
«11» _____ 2019 г.
М. п.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы летучих веществ CKIC серии 5E-MVC

Методика поверки

МП 2414–0075–2019

Руководитель лаборатории
государственных эталонов и научных исследований
в области калориметрии сжигания
и высокочистых веществ метрологического назначения
_____ Е.Н. Корчагина

Инженер II категории
_____ К.А. Мишина

Научный сотрудник лаборатории госэталонов
в области измерения массы и силы
_____ В.И. Богданова

Санкт-Петербург
2019 г.

gost.e-ecolog.ru

Содержание

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ 3
2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ 3
3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ 4
4 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ 5
4.1 Условия проведения измерений 5
4.2 Требования к оборудованию 6
4.3 Требование к месту проведения поверки 6
4.4 Дополнительные условия 6
5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА 6
5.1 Общие требования 6
5.2 Требования к квалификации поверителя 6
6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ 7
7 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ПОВЕРКИ 7
8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ 7
8.1 Внешний осмотр 7
8.2 Опробование 8
8.3 Подтверждение соответствия идентификационных данных программного обеспечения 8
8.4 Проверка метрологических характеристик средства измерений 9
8.4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары 9
8.4.2 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ 10
9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ 12
ПРИЛОЖЕНИЕ А РЕКОМЕНДУЕМОЕ ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ ДЛЯ АНАЛИЗАТОРОВ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ СКІС СЕРИИ 5Е-MVC 13
НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ, СОКРАЩЕНИЯ И ОБОЗНАЧЕНИЯ 15
Нормативные ссылки 15
Принятые сокращения 15
Принятые обозначения 15
БИБЛИОГРАФИЯ 16

1 Область применения

Настоящая методика поверки (далее – методика) устанавливает процедуру и средства первичной и периодической поверки анализаторы летучих веществ СКІС серии 5E-MVC, изготавливаемых компанией Changsha Kaiyuan Instruments Co. Ltd, Китай.

Анализаторы летучих веществ СКІС серии 5E-MVC (далее – анализаторы) предназначены для однократного измерения в режиме реального времени выхода летучих веществ в угле, коксе и биотопливе. Средство измерения (далее – СИ) может применяться в мобильных и стационарных лабораториях.

Методика устанавливает методы и средства первичной (при ввозе в страну) и периодической поверки анализаторов (после ремонта, при установке у потребителя и в эксплуатации), и распространяется на все анализаторы, находящиеся в эксплуатации, включая вновь изготавливаемые.

Интервал между поверками – 1 год.

Перед проведением поверки владелец СИ 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.

Настоящей 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.

2 Операции поверки

2.1 Общие положения

Процедура поверки предусматривает проведение внешнего осмотра, подтверждение соответствия программного обеспечения (далее – ПО), определение метрологических и технических характеристик анализаторов и обработку результатов измерений. При проведении поверки анализаторов должны выполняться следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций, выполняемых при проведении поверки анализаторов

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	п. 8.1	Да	Да
2 Опробование	п. 8.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 8.3	Да	Да
4 Проверка метрологических характеристик	п. 8.4		
4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары	п. 8.4.1	Да	Да
4.2 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ	п. 8.4.2	Да	Да
Обработка результатов измерений	п. 9	Да	Да

2.2 Поверку прекращают, если в результате выполнения той или иной операции поверки получен отрицательный результат.

3 Средства поверки

При проведении поверки должны использоваться следующие средства поверки (см. таблицу 2).

Таблица 2 – Перечень применяемых средств поверки

Наименование операции	Номер пункта МП	Средства поверки	Основные технические и/или метрологические характеристики
1 Внешний осмотр	п. 8.1	—	—
2 Опробование	п. 8.2	—	—
3 Подтверждение соответствия	п. 8.3	В соответствии с Р 50.2.077-2014	—

программного обеспечения			
4 Проверка метрологических характеристик	п. 8.4	—	—
4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы пробы после выборки массы тары	п. 8.4.1	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	±0,0005 г
4.3 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ	п. 8.4.3	— ГСО 10723-2015 Стандартный образец состава и свойств тощего угля (УТ-ВНИИМ) — ГСО 10896-2017 Стандартный образец состава и свойств угля каменного марки Т (СО-44).	±0,6
Обработка результатов измерений	п. 9	—	—

Средства поверки, представленные в таблице 2, должны иметь действующие свидетельства о поверке или сертификаты калибровки. К ГСО должен прилагаться паспорт, содержащий аттестованные значения выхода летучих веществ.

Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

4 Условия проведения поверки

4.1 Условия проведения измерений

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

— температура окружающего воздуха от +15 ° С до + 25 ° С;

— относительная влажность воздуха: от 35 до 85 %;

— атмосферное давление: от 86 до 106 кПа;

— отсутствие воздушных потоков и вибраций;

— наличие виброустойчивого изолированного фундамента для установки анализатора;

— анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

Так же при проведении поверки СИ должны соблюдаться условия проведения поверки в соответствии с ГОСТ 8.395-80, условия эксплуатации поверяемого СИ и применяемых средств поверки.

4.2 Требования к оборудованию

Оборудование помещения, в котором находится поверяемое СИ, должно соответствовать требованиям его эксплуатационной документации.

4.3 Требование к месту проведения поверки

В месте проведения поверки СИ должны отсутствовать: вибрация, тряска, удары, установки, создающие сильное электромагнитное излучение, сильные потоки воздуха, помехи сети электрического питания. Не допускается эксплуатировать анализатор в помещениях, где есть опасность взрыва от электрической искры.

4.4 Дополнительные условия

СИ предоставляется на поверку своевременно откалиброванным согласно требованиям его эксплуатационной документации.

5 Требования к квалификации персонала

5.1 Общие требования

Проводящие поверку должны быть ознакомлены с нормативным документом ГОСТ 8.395, приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 [1], а также с эксплуатационной документацией поверяемого СИ и применяемых средств поверки.

5.2 Требования к квалификации поверителя

Поверку проводят обученные специалисты метрологических институтов или аккредитованных метрологических служб юридических лиц, допущенные к работам по поверке.

Проводящие поверку должны быть ознакомлены с настоящей методикой поверки, эксплуатационной документацией поверяемого СИ и применяемых средств поверки.

Специалисты, проводящие поверку, должны иметь высшее или среднее техническое образование и иметь квалификацию поверителя в соответствующей области измерений. должны изучить правила работы с поверяемым средством измерений и обладать соответствующей квалификацией.

6 Требования безопасности

6.1 Все работы, относящиеся к поверке СИ, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в эксплуатационной документации поверяемого СИ.

6.2 При поверке соблюдают требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007.

6.3 При проведении поверки соблюдают правила ПОТ Р М–016–2001 РД 153–34.0–03.150–00 [2] и правила ПТЭЭП [3].

6.4 Запрещается работать с СИ при отсутствии защитного заземления. Заземление должно быть выполнено в соответствии с правилами ПТЭЭП [3].

6.5 Работу с баллонами, содержащими газовые смеси под давлением, проводят в соответствии с правилами [4]

7 Подготовка к проведению поверки

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Проверяют работоспособность всех систем анализатора, обеспечивающих режим измерений, в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

7.3 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.

7.4 К анализатору подключают газовый баллон с азотом.

7.6 Открывают вентиль баллона и устанавливают необходимое давление на входе газа в анализатор. По показаниям редуктора на плате газоподготовки проверяют герметичность магистрали подвода газа.

7.7 Производят измерения температуры, влаги воздуха и давления в месте установки анализатора.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:

– комплектность и маркировку анализатора в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;

– отсутствие внешних повреждений, способных повлиять на работоспособность анализатора;

– отсутствие трещин, вмятин, разрывов, перегибов, следов коррозии на газовых магистралях и элементах системы газовой подводки анализатора;

– исправность органов управления, настройки, коррекции, отображения данных.

8.1.2 Анализаторы, забракованные при внешнем осмотре, дальнейшей поверке не подлежат.

8.2 Опробование

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

8.2.2 Убедиться, что все тигли и ложечки для образцов чистые и сухие. Поместить все тигли на карусель анализатора, крышки тиглей разместить по внутреннему радиусу карусели.

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

8.3 Подтверждение соответствия идентификационных данных программного обеспечения

Анализаторы летучих веществ СКІС серии 5Е-MVC функционируют на основе автономного и встроенного программного обеспечения (ПО). Автономное ПО устанавливается на компьютер и работает под управлением операционной системы семейств Microsoft. Встроенное ПО осуществляет функции сбора, отображения и передачи измерительной информации.

8.3.1 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»).

Для подтверждения соответствия встроенного ПО (идентификационного наименования ПО) необходимо включить программное обеспечение на персональном компьютере и открыть с помощью специальной вкладки меню: «Settings → Port Settings».

8.3.2 Для идентификации ПО анализатора необходимо сверить следующие идентификационные данные ПО:

– идентификационное наименование ПО;

– номер версии ПО;

– заводской номер поверяемого анализатора, указанный на корпусе СИ.

8.3.3 Результаты признают положительными, если идентификационное наименование ПО и номер версии программного обеспечения соответствует указанному в таблице 3 .

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значения		
	Встроенное ПО		Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	Прошивка	WKE204, BS224S, ATX224, CP214*	5E-MVS6700/6600Auto Industry Analysis and Testing System
Номер версии ПО	—	—	не ниже V1.0.24**
* Идентификационное наименование встроенного ПО установлено одно из перечисленных. ** Номер версии слева и справа может дополняться метрологически не значимой буквой.			

8.4 Проверка метрологических характеристик средства измерений

8.4.1 Проверка 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.

Примечание: не нагружайте образцы в тигель номер 0 (корректировочный тигель). Пожалуйста, наденьте чистые и сухие перчатки перед загрузкой гири (гирь).

Измерение массы проводится в следующей последовательности:

а) войти с помощью программного обеспечения в меню анализа, для этого пройдите в «Analysis»;

б) в открывшемся окне выберите 1 тигель для анализа в соответствии с РЭ и нажмите «Next»;

в) нажмите кнопку «Weight Crucible», система автоматически взвесит пустые тигли, после этого нужно нажать «Weight 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);

г) при прохождении тигля над весами карусель опускается и устанавливает тигель на шток весов;

д) поместить гирю (гири) в тигель, который опустился на шток весов;

е) считать показания массы гири (гирь) с дисплея анализатора;

ж) убрать гирю (гири) из тигля;

з) выполнить операции в последовательности с д) по ж) для следующих нагрузок;

и) после завершения взвешивания всех нагрузок нажать на анализаторе кнопку «Confirm», в ПО нажать кнопку «Stop Analysis».

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.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений массы пробы после выборки массы тары не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности, приведенной в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики измерений массы пробы

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	±0,0005

8.4.2 Проверка абсолютной погрешности измерений выхода летучих веществ

Запуск анализатора летучих веществ СКІС серии 5E-MVC производится с помощью программного обеспечения, установленного на персональном компьютере (ПК) в соответствии с РЭ. С помощью ПО войти в меню настроек (меню «Settings»), поставить

галочку на пункте «Volatile compounds», установить требуемые температурно-временные параметры 900 °С. Далее войти с помощью программного обеспечения в меню анализа, для этого пройти в «Analysis» и в открывшемся окне ПО выбрать нужное количество тиглей в соответствии с РЭ, после этого нажать кнопку «Next». В появившейся таблице в столбе «Sample Name» ввести имя для каждого образца.

Пустые тигли закрыть крышками, установить на карусель, заполняя все гнезда, и произвести взвешивание пустых тиглей с крышкой (для этого нужно нажать «Weight sample» в интерфейсе). При прохождении тигля над весами карусель опускается и устанавливает тигель на шток весов. Анализатор будет сигнализировать моменты, когда нужно будет помещать образец в тигель. Сначала система взвешивает пустой тигель, обнуляет его массу и издает звуковой сигнал, в этот момент можно добавить образец.

Во взвешенные тигли поместить по 6 навесок с ГСО 10723-2015 «Государственный стандартный образец состава и свойств тощего угля (УТ-ВНИИМ)» и ГСО 10896-2017 «Стандартный образец состава и свойств угля каменного марки Т (СО-44)» массой (1,00 ± 0,01) г. Зафиксировать точное значение массы ГСО можно с помощью дисплея анализатора в момент нажатия кнопки «Confirm» (в момент нажатия кнопки «Confirm» показания массы ГСО сохраняются в ПО). После фиксирования массы пробы в тигле, навеску распределить по дну тигля ровным слоем, слегка постукивая тиглем о чистую твердую поверхность. Измерение массы навески производится поочередно на анализаторе. Закрыть тигли крышками и в окне ПО запустить испытание, нажав в ПО «Start analysis».

После начала испытания температура в нагревательной камере должна достичь (900 ± 5) °С. После сжигания образцов нагревательная камера анализатора охлаждается до 250 °С и производится итоговое взвешивание.

После завершения испытаний анализаторы летучих веществ СКІС серии 5E-MVC автоматически регистрируют значения выхода летучих веществ, данные отображаются в программном обеспечении.

Абсолютную погрешность результатов измерений выхода летучих веществ вычисляют по формуле:

$$\pm\Delta_{k,V^d} = V_k^d - V_{k,\Gamma}^d \quad (4)$$

где: $\pm\Delta_{k,V^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %;

V_k^d – результат измерений выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %;

$V_{k,\Gamma}^d$ – аттестованное значение выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %.

Полученные значения погрешностей сравнивают с нормируемыми значениями, установленными в Описании типа:

$$\pm\Delta_{n,v^d} \leq 0{,}5\ \%$$ (5)

Результаты поверки считаются положительными при выполнении всех условий, перечисленных в п. 8.4.2

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении А.

9.2 На анализатор, признанный годным к применению, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

9.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности установленной формы с указанием причин непригодности.

9.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и (или) на анализатор.

Общий вид анализаторов и место нанесения знака поверки представлены на рис. 1. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

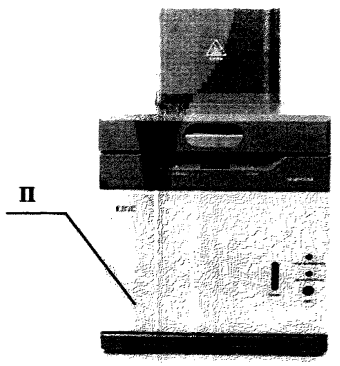


Рисунок 1 – Общий вид анализаторов летучих веществ СКІС серии 5Е-MVC (позиция «П» обозначает место нанесения знака поверки)

Приложение А

Рекомендуемое

Форма протокола поверки для анализаторов летучих веществ CKIC серии 5E-MVC

Наименование СИ, модификация	Анализатор летучих веществ CKIC серии 5E-MVC
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	
Заводской номер	
Изготовитель	Changsha Kaiyuan Instruments Co. Ltd
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	
Адрес места выполнения поверки	
Вид поверки	первичная / периодическая
Методика поверки	МП 2414-0075-2019 «Анализаторы летучих веществ CKIC серии 5E-MVC. Методика поверки»

Средства поверки	Метрологические характеристики
<Наименование>, зав. № _____, свидетельство о поверке № _____, выдано _____, срок годности _____ .	

Условия поверки:

Параметры	Измеренные значения	Требования НД
– температура окружающего воздуха, °С		от +15 до +25
– относительная влажность воздуха, %		от 35 до 85
- атмосферное давление, кПа		от 86 до 106

Результаты поверки:

Результаты внешнего осмотра: _____

Подтверждение соответствия идентификационных данных ПО: _____

– идентификационное наименование: _____

– номер версии: _____

Результаты определения метрологических характеристик анализатора:

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

(/ извещение о непригодности к применению № _____ от _____

<причины непригодности … >).

Поверку произвел: _____ _____ _____

(подпись) (ФИО) (дата)

Нормативные ссылки, сокращения и обозначения

Нормативные ссылки

В настоящей методике применены следующие нормативные ссылки:

Р 50.2.077-2014 «Испытания средств измерений в целях утверждения типа. Проверка защиты программного обеспечения»

ГОСТ 8.395-80 «Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования»

ГОСТ 12.1.007 «Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности»

Примечание – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Принятые сокращения

В настоящей методике применены следующие сокращения:

СИ – средство измерений;

РЭ – руководство по эксплуатации;

ПО – программное обеспечение

ГСО – государственный стандартный образец;

МХ – метрологические характеристики.

Принятые обозначения

В настоящей методике применены следующие обозначения:

Δ_j – погрешность взвешивания при каждом j-ом измерении;

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

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

j, k – порядковый номер измерения;

$\pm\Delta_{k,V^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %;

V^d_k – результат измерения выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %;

$V^d_{k,\Gamma}$ – аттестованное значение выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %;

$\pm\Delta_{k,A^d}$ – абсолютная погрешность результатов измерений выхода летучих веществ k-ой пробы ГСО, %.

Библиография

[1]	Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815	Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке
[2]	ПОТ Р М–016–2001 РД 153–34.0–03.150–00	Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок (утверждены Постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 5 января 2001 г. № 3; приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 27 декабря 2000 г. № 163).
[3]	ПТТЭП	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» (утверждены Приказом Министерства энергетики РФ от 13.01.2003 г. № 6)
[4]	ПБ 03–576–03	Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением (утверждены Госгортехнадзором РФ 11.06.2003 № 91).

gost.e-ecolog.ru