

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»  
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор  
ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских



2015 г.

Анализаторы газов в твердых материалах МЕТАВАК

Методика поверки

н.р. 63244-16

МП 82-251-2015

Екатеринбург

2015 г.

**СОДЕРЖАНИЕ**

<b>Введение .....</b>	<b>3</b>
<b>1 Нормативные ссылки.....</b>	<b>3</b>
<b>2 Операции поверки.....</b>	<b>3</b>
<b>3 Средства поверки .....</b>	<b>3</b>
<b>4 Требования безопасности .....</b>	<b>4</b>
<b>5 Условия поверки и подготовки к ней .....</b>	<b>4</b>
<b>6 Проведение поверки .....</b>	<b>4</b>
6.1 Внешний осмотр.....	4
6.2 Опробование .....	4
6.3 Проверка метрологических характеристик .....	5
<b>7 Оформление результатов поверки .....</b>	<b>6</b>

## Введение

Настоящая методика распространяется на анализаторы газов в твердых материалах МЕТАВАК (далее – анализаторы), изготовленные ООО НПО «Эксан», г. Ижевск.

Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1 Нормативные ссылки

1.1 Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

1.2 ГОСТ 12.3.019-80 «Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности».

1.3 ПОТ РМ-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 «Межотраслевые правила по охране труда (Правила безопасности) при эксплуатации электроустановок».

## 2 Операции поверки

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики
1	Внешний осмотр	6.1
2	Опробование	6.2
3	Проверка метрологических характеристик	6.3

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, проводят настройку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ) и повторяют операции поверки. Повторные результаты считают окончательными. При получении повторного отрицательного результата дальнейшую поверку прекращают и выдают извещение о непригодности.

## 3 Средства поверки

3.1 Для поверки должны применяться средства поверки согласно таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Наименование	Характеристики
1	Весы аналитические (лабораторные)	I (специальный) КТ, НПВ 200 г
2	ГСО 3608-87 состава сплава титанового типа ВТ16	аттестованное значение массовой доли: водорода - $(0,0023 \pm 0,0003) \%$ ; кислорода - $(0,097 \pm 0,006) \%$
3	ГСО 9724-2010 состава стали углеродистой типа Ст3пс	аттестованное значение массовой доли: азота - $(0,0072 \pm 0,0002) \%$ ; кислорода - $(0,0121 \pm 0,0002) \%$

3.2 Средства измерений должны быть поверены, а стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

3.3 Допускается применение других средств поверки обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью при условии выполнения требований по п. 3.2.

#### 4 Требования безопасности

4.1 При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019-80, требования РД 153-34.0-03.150-00 «Межотраслевых правил по охране труда при эксплуатации электроустановок» (ПОТ Р М-016-2001).

4.2 В общем случаи при поверке необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемый анализатор и применяемые средства поверки.

#### 5 Условия поверки и подготовки к ней

5.1 Поверку анализаторов проводить при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С: от 15 до 30;
- относительная влажность воздуха, %: не более 80.

#### 6 Проведение поверки

##### 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ.

##### 6.2 Опробование

6.2.1 Включить анализатор, запустить программное обеспечение (далее - ПО) и проверить отсутствие ошибок в всплывающем окне ПО.

6.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО путем сравнения номера версии и цифрового идентификатора в всплывающем окне ПО с данными таблицы 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MetavakHNO
Номер версии ПО	2.X
Цифровой идентификатор ПО	CRC32: 70055159
Другие идентификационные данные	MetavakHNO_Lib.dll

6.2.1 Провести проверку герметичности системы согласно РЭ анализатора.

6.2.2 Опробование считать успешным если:

- устанавливается связь анализатора с ПО;
- анализатор успешно проходит проверку герметичности системы;
- номер версии (первая цифра) и цифровой идентификатор ПО соответствуют данным таблицы 3.

### 6.3 Проверка метрологических характеристик

6.3.1 Определение метрологических характеристик провести при помощи стандартных образцов по п. 3.1.

6.3.2 Подготовить стандартные образцы согласно их паспортам и анализатор согласно РЭ. В общем случае стандартные образцы следует выбирать со значениями массовой доли анализируемого компонента на уровне десятикратного превышения соответствующих пределов обнаружения согласно таблицы 4.

6.3.3 Для установления холостой поправки и определения пределов обнаружения произвести не менее девяти измерений выходного сигнала в пустых графитовых тиглях<sup>1</sup> для каждого  $j$ -го анализируемого компонента ( $I_{ijblank}$ ) на соответствующих анализаторах в соответствии с таблицей 4. При каждом измерении массу образца задавать равной 1000 мг.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значения характеристик
Пределы обнаружения, %, не более:	
- азот (МЕТАВАК-А; МЕТАВАК-АК)	0,0005
- кислород (МЕТАВАК-К; МЕТАВАК-АК)	0,0005
- водород (МЕТАВАК-В)	0,00005
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала анализатора*, %	5
Пределы допускаемой инструментальной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли*, %	±10

\* при массовой доле аналита более чем в 10 раз превышающей предел обнаружения и массе пробы более 200 мг.

6.3.4 Для каждого  $j$ -го анализируемого компонента из девяти результатов измерений по п. 6.3.3 выбрать пять, отбросив по два с наибольшими и наименьшими значениями. По полученным результатам произвести ввод холостой поправки по  $j$ -му каналу согласно РЭ.

6.3.5 Для установления градуировочной зависимости провести не менее девяти измерений выходного сигнала в стандартных образцах для каждого  $j$ -го анализируемого компонента ( $I_{ij}$ ) на соответствующих анализаторах в соответствии с таблицей 4.

6.3.6 С помощью ПО анализатора во вкладке «калибровка» ввести значение массовой доли анализируемого компонента из паспорта на соответствующий стандартный образец и выбрать пять результатов  $I_{ij}$  по п. 6.3.5, отбросив из девяти по два с наибольшими и наименьшими значениями. По полученным результатам установить градуировочную зависимость по  $j$ -му каналу (холостая поправка при этом задана в п. 4.3.4) и выполнить перерасчет результатов по пп. 6.3.3-6.3.5 согласно РЭ.

6.3.7 Произвести измерения массовой доли в стандартных образцах для каждого  $j$ -го

<sup>1</sup> При необходимости допускается проводить предварительный отжиг тиглей для удаления примесей определяемых компонентов.

анализируемого компонента ( $w_{ij}$ , %) на соответствующих анализаторах в соответствии с таблицей 4 аналогично пп. 6.3.3-6.3.4.

6.3.8 По результатам измерений по пп. 6.3.3-6.3.7 рассчитать значения пределов обнаружения ( $LOQ_j$ , %), среднее значение массовой доли ( $w_j$ , %), относительное СКО выходного сигнала анализатора ( $S_j$ , %) и значения инструментальной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли ( $\delta_j$ , %) для каждого  $j$ -го анализируемого компонента по формулам:

$$LOQ_j = 6 \cdot \sqrt{\frac{\sum(w_{ijblank} - w_{jblank})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

$$w_j = \frac{\sum w_{ij}}{n}, \quad (2)$$

$$S_j = \frac{100}{w_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum(w_{ij} - w_j)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\delta_j = \frac{200}{w_j} \cdot \sqrt{\frac{\left(\frac{S_j \cdot w_j}{100}\right)^2}{n} + \frac{(w_j - w_{aj})^2}{3}}, \quad (4)$$

где  $w_{ijblank}$  –  $i$ -е значение массовой доли  $j$ -го компонента в холостой пробе полученное в результате пересчета по п. 6.3.5, %;  $w_{jblank}$  – среднее значение массовой доли  $j$ -го компонента в холостой пробе рассчитанное аналогично (2), %;  $n$  – количество единичных результатов;  $w_{aj}$  – аттестованное значение массовой доли  $j$ -го компонента в стандартном образце, %.

## 7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы, который хранят в организации, проводившей поверку.

7.2 При положительных результатах анализатор признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке

7.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности с указанием причин. Анализатор к применению не допускают.

Разработчик:  
Н.с. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»



П.В. Мигаль