

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

07 2016 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы азота, кислорода и водорода

МЕТЭК-300, МЕТЭК-400, МЕТЭК-500, МЕТЭК-600

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 61-251-2012 с изменением №1

з.р. 52135 - 12

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** к.х.н., Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** с изменением № 1 ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	6
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование.....	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	12
	ПРИЛОЖЕНИЕ В.....	13

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы азота, кислорода и водорода МЕТЭК-300, МЕТЭК-400, МЕТЭК-500, МЕТЭК-600 с изменением №1 Методика поверки	МП 61-251-2016
--	-----------------------

Дата введения в действие: июнь 2016 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы азота, кислорода и водорода МЕТЭК-300, МЕТЭК-400, МЕТЭК-500, МЕТЭК-600 (далее - анализаторы) производства фирмы ООО «МЕТЭКПРОМ» (Россия) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

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.

(Измененная редакция, Изм. №1).

3 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	2	3	4
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности при измерении массовой доли кислорода, азота и водорода	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода	8.3.3	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- Стандартные образцы утвержденных типов, приведенные в таблице 2

Таблица 2 - Стандартные образцы состава, используемые при поверке

№ ГСО	Компонент	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения, %	Относительная погрешность аттестованного значения, %
ГСО 9110-2008	азот	0,0067	± 0,0002	± 3
	кислород	0,0009	± 0,0001	± 11
ГСО 9454-2009	азот	0,0292	± 0,0004	± 1,4
	кислород	0,0055	± 0,0004	± 7
ГСО 9724-2010	азот	0,0072	± 0,0002	± 3
	Кислород	0,0121	± 0,0002	± 2
ГСО 8725-2005	Водород	0,00015	± 0,00003	± 20
ГСО 8447-2003	Водород	0,0006	± 0,00004	± 7

(Измененная редакция, Изм. №1).

- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности;

- стандартный образец утвержденного типа ГСО 10597-2015 состава газовой смеси H₂/N₂ (аттестованные значения объемной доли водорода от 0,1 % до 70 %, границы относительной погрешности аттестованного значения составляют от ± 2,5 % до ± 0,2 % соответственно) (применяется только для моделей МЕТЭК 300) – далее ПГС-ГСО.

(Измененная редакция, Изм. №1).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.2.007.0. Помещение должно быть обязательно оснащено приточно-вытяжной вентиляцией, чтобы не происходило взрывоопасное скопление водорода в воздухе.

(Измененная редакция, Изм. №1).

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), % не более 70

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Приготовить навески стандартных образцов утвержденных типов, предусмотренные в качестве эталонных средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО с учетом Приложения Б.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и проверить, что он проходит режим самодиагностики;

8.2.2 Провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

8.2.3 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализаторов путем вывода на экран номера версии. Первая цифра в номере версии ПО анализатора должны соответствовать приведенной в таблице 3. Цифровой идентификатор ПО проверить с помощью программы md5 путем запуска файла ПО (Calibrcalculate.dll) с помощью программы md5 (программа md5 находится в свободном доступе на сайте <http://www.md5summer.org>). Цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 3.

Таблица 3 Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	МЕТЕК
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 5.17.x.x
Цифровой идентификатор ПО	c84c039cbbd50ce20 685b3e7694ba507
Другие идентификационные данные (алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО)	MD 5

(Измененная редакция, Изм. №1).

8.3 Проверка метрологических характеристик.

Метрологические характеристики анализаторов азота, кислорода и водорода приведены в таблице А.1 приложения А к настоящей методике поверки.

8.3.1 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода.

Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли компонентов проводится с использованием навесок ГСО, приготовленных в соответствии с приложением Б.

Проверка относительного СКО по измерению массовой доли водорода от 0,2 до 4,0 % с использованием ПГС-ГСО проводится только для моделей МЕТЭК 300.

(Измененная редакция, Изм. №1).

Произвести не менее пяти измерений массовой доли компонента в соответствии с РЭ каждого ГСО, подготовленного с учетом приложения Б. Для каждого компонента рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j) и СКО (S) по формулам:

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

$$S_j = \frac{100}{A_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли j -го компонента в ГСО, %;

A_j – моделируемое аттестованное значение массовой доли j -го компонента в ГСО в соответствии с Приложением Б, %;

n – число измерений.

Полученные значения СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли компонентов должны удовлетворять требованиям таблицы А.1.

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода

По результатам измерений, полученным по 8.4.1, рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли компонентов для каждого ГСО δ_0 , % по формуле

$$\delta_0 = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + (|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|)}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|)}{\sqrt{3}} \right] A_j} \cdot \sqrt{\frac{(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|)^2}{3} + \frac{S^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где A_j и ΔA_j – моделируемые аттестованные значения массовой доли компонента в j -ом ГСО и их погрешность соответственно, % в соответствии с Приложением Б.

t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n и равен 2,78 для $n=5$, $P=0,95$.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли компонентов должны удовлетворять требованиям таблицы А.1 приложения А.

8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода

Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода производится одновременно с определением относительного СКО и относительной погрешности результатов измерений массовой доли кислорода, азота и водорода по 8.3.1- 8.3.2.

За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массовой доли кислорода, азота и водорода, приведенные в таблице А.1, если полученные значения относительных СКО и относительных погрешностей рассчитанных по 8.3.1 и 8.3.2 соответствуют значениям, указанным в таблице А.1 приложения А.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.


9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на анализатор в соответствии с рисунком №1 описания типа СИ.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

(Измененная редакция, Изм. №1)

Разработчик

К.х.н., зав. лаб.251 ФГУП «УНИИМ»

 **Е.П. Соби́на**

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Таблица А.1. - Метрологические и технические характеристики анализаторов азота, кислорода и водорода

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели						
	Водород МЕТЭК-300 2	Водород-кислород МЕТЭК-300.1 3	Водород-азот МЕТЭК-300.2 4	Азот МЕТЭК-400 5	Кислород МЕТЭК-500 6	Азот-кислород МЕТЭК-600 7	
Диапазоны измерений массовой доли, %:							
- азота	-	-	от 0,0001 до 1,0	от 0,0001 до 1,0	-	от 0,0001 до 1,0	
- кислорода	-	от 0,0002 до 2,0	-	-	от 0,0002 до 2,0	от 0,0002 до 2,0	
- водорода	от 0,00001 до 4,0	от 0,00001 до 4,0	от 0,00001 до 4,0	-	-	-	
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли азота, %:							
- от 0,0001 до 0,005 вкл.		16		16		16	16
- от 0,005 до 0,04 вкл.		5		5		5	5
- от 0,04 вкл. до 1,0		3		3		3	3
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли азота, %:							
- от 0,0001 до 0,005 вкл.		± 40		± 40		± 40	± 40
- от 0,005 до 0,04 вкл.		± 15		± 15		± 15	± 15
- от 0,04 вкл. до 1,0		± 10		± 10		± 10	± 10
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, %:							
- от 0,0002 до 0,005 вкл.		16			16	16	16
- от 0,005 до 0,04 вкл.		5			5	5	5
- от 0,04 вкл. до 2,0		3			3	3	3
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли кислорода, %:							
- от 0,0002 до 0,005 вкл.		± 40		± 40		± 40	± 40
- от 0,005 до 0,04 вкл.		± 15		± 15		± 15	± 15
- от 0,04 вкл. до 2,0		± 10		± 10		± 10	± 10

продолжение таблицы А.1

1	2	3	4	5	6	7
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли водорода, %: - от 0,00001 до 0,005 вкл. - от 0,005 до 0,04 вкл. - от 0,04 вкл. до 4,0	16	16	16			
	5	5	5			
	3	3	3			
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли водорода, %: - от 0,00001 до 0,005 вкл. - от 0,005 до 0,04 вкл. - от 0,04 вкл. до 4,0	± 40	± 40	± 40			
	± 20	± 20	± 20			
	± 15	± 15	± 15			

(Измененная редакция, Изм. №1).

Приложение Б

Процедура приготовления навесок стандартных образцов

Б.1 Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли компонентов (азота, водорода, кислорода) провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности в соответствии с таблицей Б.1.

Б.2 Рассчитать моделируемое аттестованное значение массовой доли компонента в подготовленной навеске и абсолютную погрешность моделируемого аттестованного значения по формулам:

$$A' = A \frac{m_1}{m_2}, \quad (\text{Б.1})$$

$$\Delta A' = \Delta A \frac{m_1}{m_2}, \quad (\text{Б.2})$$

где

A и ΔA - аттестованное значение и абсолютная погрешность ГСО в соответствии с паспортом, %;

A' и $\Delta A'$ - моделируемое аттестованное значение и абсолютная погрешность моделируемого массовой доли компонента, %;

m_1 - масса отобранной навески ГСО с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности, г;

m_2 - масса навески заданная в анализаторе, которая записывается вручную в программном обеспечении анализатора, г.

Таблица Б.1

№ ГСО	Компонент	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения, %	Относительная погрешность аттестованного значения, %	Масса ГСО, m ₁ , г	Масса ГСО, m ₂ , г	Моделируемое аттестованное значение массовой доли компонента, %	Абсолютная погрешность моделируемого аттестованного значения, %
ГСО 9110-2008	азот	0,0067	0,0002	3	0,2	0,2	0,0067	0,0002
	кислород	0,0009	0,0001	11	0,2	0,2	0,0009	0,0001
ГСО 9454-2009	азот	0,0292	0,0004	1	0,2	0,2	0,0292	0,0004
	кислород	0,0055	0,0004	7	0,2	0,2	0,0055	0,0004
ГСО 9724-2010	азот	0,0072	0,0002	3	0,2	0,2	0,0072	0,0002
	кислород	0,0121	0,0002	2	0,2	0,2	0,0121	0,0002
ГСО 8725-2005	водород	0,00015	0,00003	20	0,2	0,2	0,00015	0,00003
ГСО 8447-2003	водород	0,0006	0,00004	7	1	0,1	0,0006	0,0004
ГСО 8447-2003	водород	0,0006	0,00004	7	5	0,05	0,06	0,004

(Измененная редакция, Изм. №1).

Б.3 Модельные значения массовой доли водорода получают с использованием газовых доз ПГС-ГСО 10597-2015 различного объема в соответствии с таблицей Б.2. Дозирование ПГС-ГСО 10597-2015 в анализатор провести с помощью газовой петли, объем которой предварительно откалиброван в соответствии с РЭ.

(Измененная редакция, Изм. №1)

Б.4 Рассчитать моделируемое значение массовой доли водорода в подготовленной газовой дозе по формуле (пример выполненных расчетов для типичного случая приведен в таблице Б.2):

$$w_{\text{м}} = \frac{A \cdot V \cdot P \cdot M}{T \cdot R \cdot m} \quad (\text{Б.3})$$

где A - аттестованное значение объемной доли водорода и границы погрешности ПГС-ГСО 10597-2015 в соответствии с паспортом, %; $w_{\text{м}}$ - моделируемое значение массовой доли водорода, %; m - масса навески задаваемая в анализатор, г; T - температура окружающего воздуха, К; P - давление окружающего воздуха, Па; M - молярная масса, кг/моль ($M(\text{H}_2) = 0.00201588 \frac{\text{кг}}{\text{моль}}$); R - универсальная газовая постоянная, Дж/(моль·К); V - объем ПГС-ГСО 10597-2015, м³.

Примечание:

Границы относительной погрешности моделируемого значения, $\delta_{w_{\text{м}}}$ составляют 5 % и обусловлены точностью калибровки газовой петли анализатора и исходной погрешностью ГСО.

(Измененная редакция, Изм. №1)

Таблица Б.2 - Моделирование массовой доли водорода с помощью газовых доз ПГС-ГСО 10597-2015 водород в азоте

№ рабочей пробы	Аттестованное значение объемной доли водорода, %	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$, %	Масса навески, заданная в анализаторе, г	Номинальный объем газовой петли, см ³	Т, К	Р, Па	Аттестованное значение моделируемого значения массовой доли водорода, %	Границы погрешности моделируемого значения массовой доли водорода, %
1	70	$\pm 0,2$	0,1	50	298	101325	2,89	$\pm 0,14$
2	35	$\pm 0,2$	0,1	50	298	101325	1,44	$\pm 0,07$

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор азота, кислорода и водорода модель _____ зав. № _____

Документ на поверку: «ГСИ. Анализаторы азота, кислорода и водорода МЕТЭК-300, МЕТЭК-400, МЕТЭК-500, МЕТЭК-600. Методика поверки. МП 61-251-2016» с Изменением №1.

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты проверки относительного СКО случайной составляющей погрешности в диапазоне измерений массовой доли азота, кислорода и водорода

№ ГСО, наименование компонента	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Результаты измерений массовой доли компонента, %	Относительное СКО случайной составляющей погрешности, в диапазоне измерений массовой доли компонента, %	Нормируемые значения относительного СКО случайной составляющей погрешности, в диапазоне измерений массовой доли компонента, %
1	2	3	4	5

Таблица 2 - Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой доли азота, кислорода и водорода

№ ГСО, наименование компонента	Аттестованное значение массо- вой доли компо- нента, %	Результаты изме- рений массовой доли компонента, %	Относительная погрешность из- мерений массовой доли компонента, %	Нормируемые зна- чения относитель- ной погрешности измерений массо- вой доли компо- нента, %
1	2	3	4	5

Результат проведения поверки:

Поверитель
 (Ф.И.О.) подпись

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от « .. » 20 .. г., №

Организация, проводившая поверку