

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

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

2016 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы водорода, азота, кислорода

МЕТЭК-300/МЕТЭК-600

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 178-251-2016

г. Екатеринбург

2016 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** к.х.н., Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в декабре 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	7
	8.1 Внешний осмотр	7
	8.2 Опробование	7
	8.3 Проверка метрологических характеристик	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ В	15

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы водорода, азота, кислорода МЕТЭК-300/МЕТЭК-600 Методика поверки	МП 178-251-2016
--	------------------------

Дата введения в действие: 20.12.2016 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы водорода, азота, кислорода МЕТЭК-300/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.

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли водорода, азота, кислорода	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли водорода, азота, кислорода	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массовой доли водорода, азота, кислорода	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализаторов в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- рабочий эталон единицы массы 1-го разряда в диапазоне от 1 мг до 100 г по ГОСТ 8.021 2005: весы лабораторные электронные I (специального) класса точности;
- рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.578-2014: стандартный образец утвержденного типа ГСО 10597-2015 состава газовой смеси H_2/N_2 (аттестованные значения объемной доли водорода от 0,1 до 70 %, границы относительной погрешности аттестованного значения составляют от $\pm 2,5$ до $\pm 0,2$ % соответственно);
- рабочие эталоны по ГОСТ Р 8.735.0-2011: 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

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих 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.

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 80

6.2 Анализатор устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Приготовить навески стандартных образцов утвержденных типов, предусмотренных 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 анализатора;
- 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 анализатора путем вывода на экран номера версии. Первая цифра в номере версии ПО анализатора должна соответствовать приведенной в таблице 3. Цифровой идентификатор ПО проверить 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 (запускающий файл)	Maternal.exe
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD 5

8.3 Проверка метрологических характеристик.

Метрологические характеристики анализатора приведены в таблице А.1 приложения А к настоящей методике поверки.

8.3.1 Проверка значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли водорода, азота, кислорода

Проверка значения относительного среднего квадратического отклонения (далее – ОСКО) результата измерений массовой доли компонентов проводится с использованием навесок ГСО, приготовленных в соответствии с приложением Б.

Проверка значения ОСКО по измерению массовой доли водорода от 0,2 до 4,0 % проводится с использованием ПГС-ГСО.

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 значение ОСКО (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 ОСКО измерений массовой доли компонентов должны удовлетворять требованиям таблицы А.1.

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

По результатам измерений, полученным по 8.3.1, рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли компонентов для каждого ГСО δ_0 , % по формуле

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

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 водорода, азота, кислорода

Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода производится одновременно с определением значения ОСКО 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 ОСКО и относительных погрешностей рассчитанных по 8.3.1 и 8.3.2 соответствуют значениям, указанным в таблице А.1 приложения А.

8.3.4 По требованию заказчика допускается проведение периодической поверки анализаторов не по всем компонентам и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

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 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.

Разработчик

К.х.н., зав. лаб.251 ФГУП «УНИИМ»

 **Е.П. Собина**

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Таблица А.1 - Метрологические характеристики анализатора МЕТЭК-300/МЕТЭК-600

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений массовой доли, %: - водорода - азота - кислорода	от 0,00001 до 4,0 включ. от 0,0001 до 1,0 включ. от 0,0002 до 2,0 включ
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой водорода, %: - от 0,00001 до 0,005 включ. - св. 0,005 до 0,04 включ. - св. 0,04 до 4,0 включ.	16 5 3
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли водорода, %: - от 0,00001 до 0,005 включ. - св. 0,005 до 0,04 включ. - св. 0,04 до 4,0 включ.	± 40 ± 20 ± 15
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли азота, %: - от 0,0001 до 0,005 включ. - св. 0,005 до 0,04 включ. - св. 0,04 до 1,0 включ.	16 5 3
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли азота, %: - от 0,0001 до 0,005 включ. - св. 0,005 до 0,04 включ. - св. 0,04 до 1,0 включ.	± 40 ± 15 ± 10
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли кислорода, %: - от 0,0002 до 0,005 включ.; - св. 0,005 до 0,04 включ.; - св. 0,04 до 2,0 включ.	16 5 3
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли кислорода, %: - от 0,0002 до 0,005 включ. - св. 0,005 до 0,04 включ. - св. 0,04 до 2,0 включ.	± 40 ± 15 ± 10

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:

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

$$\Delta A' = \frac{A'}{100} \cdot \sqrt{\delta_{m_1}^2 + \delta_A^2}, \quad (\text{Б.2})$$

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 аттестованного значения 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 устанавливается вручную в ПО анализатора; δ_{m_1} - относительная погрешность массы отобранной навески ГСО, %, рассчитанная как $\delta_{m_1} = \frac{\Delta m}{m_1} \cdot 100$ ($\Delta m = 0,001$ г); δ_A - относительная погрешность ГСО, %, рассчитанная как $\delta_A = \frac{\Delta A}{A} \cdot 100$.

Таблица Б.1 – Моделирование массовой доли азота, кислорода и водорода с помощью навесок стандартных образцов твердых веществ

№ 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 9110-2008	азот	0,0067	0,0002	3	0,2	0,4	0,0034	0,0001
	кислород	0,0009	0,0001	11	0,2	0,4	0,0004	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 9454-2009	азот	0,0292	0,0004	1	0,2	0,1	0,0584	0,0009
	кислород	0,0055	0,0004	7	0,2	0,1	0,0110	0,0008
ГСО 9454-2009	азот	0,0292	0,0004	1	1,5	0,05	0,876	0,012
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 9724-2010	азот	0,0072	0,0002	3	0,4	0,1	0,0288	0,0008
	кислород	0,0121	0,0002	2	0,4	0,1	0,0484	0,0008
ГСО 9724-2010	кислород	0,0121	0,0002	2	1,5	0,01	1,82	0,03
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	0,006	0,0004
ГСО 8447-2003	водород	0,0006	0,00004	7	5	0,05	0,06	0,004

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.

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):

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

где A - аттестованное значение объемной доли водорода и границы погрешности ПГС-ГСО 10597-2015 в соответствии с паспортом, %; w_a - 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 ($M(H_2) = 0,00201588$ кг/моль); R - универсальная газовая постоянная, Дж/(моль·К); V - объем ПГС-ГСО 10597-2015, м³.

Примечание:

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

Таблица Б.2 - Моделирование массовой доли водорода с помощью газовых доз ПГС-ГСО 10597-2015 водорода 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	T, К	P, Па	Аттестованное значение моделируемого значения массовой доли водорода, %	Границы абсолютной погрешности моделируемого значения массовой доли водорода, %
1	80,68	± 0,13	0,1	50	298	101325	3,33	± 0,17
2	40,85	± 0,16	0,1	50	298	101325	1,68	± 0,08

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор водорода, азота, кислорода МЕТЭК-300/МЕТЭК-600 зав. № _____

Документ на поверку: «ГСИ. Анализаторы водорода, азота, кислорода МЕТЭК-300/МЕТЭК-600. Методика поверки. МП 178-251-2016».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

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

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица В.1 - Результаты проверки значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли водорода, азота, кислорода

№ ГСО, наименование компонента	Аттестованное значение массовой (объемной) доли компонента, %	Результаты измерений массовой доли компонента, %	Значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений, в диапазоне измерений массовой доли компонента, %	Нормируемые значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений, в диапазоне измерений массовой доли компонента, %
1	2	3	4	5

