

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

" 12 " 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы кислорода, азота и водорода ONH-3000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 117-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в декабре 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	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

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы кислорода, азота и водорода ONH-3000 Методика поверки	МП 117-241-2019
---	------------------------

Дата введения: декабрь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы кислорода, азота и водорода ONH-3000 (далее - анализаторы) производства фирмы «NCS Testing Technology CO., LTD», Китай и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Настоящая методика распространяется на анализаторы H-3000, O-3000, N-3000, ON-3000, OH-3000, ONH-3000.

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:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

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		
3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли кислорода, азота и водорода	8.3.2	да	нет

3.2 Допускается проведение поверки не в полном объеме для меньшего числа измеряемых компонентов (в зависимости от модификации анализатора).

3.3 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:

- ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017 (массовая доля водорода 0,0027 %, абс. погрешность $\pm 0,0005$ %, массовая доля азота 0,006 % абс погрешность $\pm 0,001$ %, массовая доля кислорода 0,354 % абс погрешность $\pm 0,008$ %);

- ГСО 10876-2017/10878-2017 (массовая доля азота 5 %, абс. погрешность $\pm 0,15$ %);

- ГСО 8725-2005 (массовая доля кислорода 0,00167 %, абс. погрешность $\pm 0,00016$ %, массовая доля азота 0,00384 %, абс погрешность $\pm 0,00016$ %, массовая доля водорода 0,00015 %, абс. погрешность $\pm 0,00003$ %);

- ГСО 9110-2008 (массовая доля кислорода 0,0009 %, абс. погрешность $\pm 0,0003$ %);

- ГСО 9725-2010 (массовая доля кислорода 0,02 %, абс. погрешность $\pm 0,0004$ %, массовая доля азота 0,0043 %, абс. погрешность $\pm 0,0001$ %);

- ГСО 10810-2016 (массовая доля азота 0,398 %, абс. погрешность $\pm 0,03$ %);

- ГСО 11008-2017/ГСО 11010-2017 (массовая доля водорода 0,0010 %, абс. погрешность $\pm 0,0001$ %, массовая доля азота 0,05 % абс погрешность $\pm 0,0013$ %, массовая доля кислорода 0,0032 %, абс. погрешность $\pm 0,0006$ %);

- весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Условия поверки и подготовки к ней

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

- температура окружающего воздуха, °C от 18 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

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

Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить к работе в соответствии с паспортом.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных в разделе 4. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	ONH-3000
Номер версии ПО	не ниже 2.1.35
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

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

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4, и навесок ГСО, приготовленных по приложению А.

Провести не менее пяти измерений массовой доли кислорода, азота и водорода не менее, чем в двух точках каждого поддиапазона измерений в соответствии с РЭ каждого ГСО. Для каждого ГСО рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли компонента по формулам:

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

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

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

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

A_j и ΔA_j - аттестованные значения массовой доли компонента в j -ом ГСО (навеске ГСО) и их погрешность соответственно, %;

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

n - количество измерений.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли кислорода, азота и водорода,

Проверку диапазонов измерений массовой доли кислорода, азота и водорода провести одновременно с проверкой относительной погрешности по 8.3.1 (провести измерения массовой доли кислорода, азота и водорода в начале и в конце каждого поддиапазона измерений). Полученные значения диапазонов измерений массовой доли кислорода, азота и водорода должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение для модификации					
	ОНН-3000	ОН-3000	ОН-3000	N-3000	О-3000	Н-3000
Диапазон измерений массовой доли кислорода, %	от 0,0001 до 0,5			-	от 0,0001 до 0,5	-
Диапазон измерений массовой доли азота, %	от 0,0001 до 5,0	-	от 0,0001 до 5,0		-	-
Диапазон измерений массовой доли водорода, млн ⁻¹	от 0,1 до 50		-	-	-	от 0,1 до 50
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли кислорода в диапазонах измерений, %: - от 1·10 ⁻⁴ до 1·10 ⁻³ % включ. - св. 1·10 ⁻³ до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 0,5 % включ.	±67 ±30 ±6			-	±67 ±30 ±6	-
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли азота в диапазонах измерений, %: - от 1·10 ⁻⁴ до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 5,0 % включ.	±30 ±20 ±10	-	±30 ±20 ±10	±30 ±20 ±10	-	-
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли водорода, %, в диапазонах измерений - от 0,1 до 10 млн ⁻¹ включ. - св. 10 млн ⁻¹ до 50 млн ⁻¹	±45 ±20	-			-	±45 ±20

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформить протокол проведения поверки в свободной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Инженер I кат. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

А.1 Приготовление навесок ГСО с известными значениями массовой доли кислорода, азота и водорода провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

А.2 Рассчитать моделируемое значение (A') массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

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

где A - аттестованное значение массовой доли кислорода, азота или водорода в ГСО, %;

m_1 - масса навески ГСО, измеренная на весах, г;

m_2 - масса навески, которая устанавливается вручную в ПО анализатора, г.

Таблица А.1 – Примеры расчета моделируемых значений массовой доли элементов в навеске ГСО*

ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, % (для водорода млн ⁻¹)	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, % (для водорода млн ⁻¹)
1	2	3	4	5	6
ГСО 9110-2008	Кислород	0,0009	0,3	1,5	0,00018
ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017	Кислород	0,354	0,4	1	0,1416
ГСО 8725-2005	азот	0,00384	0,2	2	0,000384
ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017	азот	0,006	0,3	2	0,0009
ГСО 10876-2017/10878-2017	азот	5	0,4	2	1,00

Продолжение таблицы А.1

1	2	3	4	5	6
ГСО 10876-2017/10878-2017	азот	5	0,5	2	1,25
ГСО 8725-2005	водород	1,5	0,2	2	0,15
ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017	водород	27	0,5	1	13,5
ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017	водород	27	1	0,6	45

*Примечание – расчеты приведены для примера. Значения навесок ГСО следует выбирать исходя из аттестованного значения ГСО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.

Абсолютную погрешность моделируемого значения массовой доли элементов рассчитать по формуле

$$\Delta_{A'} = \sqrt{\left(\frac{m_1}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_A^2 + \left(\frac{A}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_m^2 + \left(\frac{A \cdot m_1}{m_2^2}\right)^2 \cdot \Delta_m^2}, \quad (\text{A.2})$$

где Δ_m - абс. погрешность весов, г;

Δ_A - абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли элемента в ГСО, %.