



Федеральное бюджетное учреждение
«Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и
испытаний в Красноярском крае»

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

ФБУ «Красноярский ЦСМ»

/С. Л. Шпирко/

«30» мая 2018 г.



Анализаторы водорода в жидком алюминии A/SCAN

Методика поверки

18-18/024 МП

г. Красноярск

2018

СОДЕРЖАНИЕ

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	3
3 ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ	3
5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	6
7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
8 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	6
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	7
10 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
10.1 Внешний осмотр.....	7
10.2 Опробование.....	7
10.3 Проверка герметичности анализатора	7
10.4 Проверка метрологических характеристик	8
11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	11

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на СИ «Анализаторы водорода в жидком алюминии A/SCAN» (далее – анализаторы), изготовленные ABB Inc., Analytical and Advanced Solutions, 585 Charest Blvd, East, Suite 300, Quebec, QC, G1K 9H4, Canada.

Методика поверки устанавливает порядок и методы проведения первичной, периодических и внеочередной поверок анализаторов.

1.2 Первичную поверку анализаторов проводят после его ввода в эксплуатацию.

Периодическую поверку анализаторов проводят в процессе его эксплуатации с интервалом между поверками один год.

1.3 Внеочередную поверку анализаторов проводят после ремонта, замены его измерительных компонентов и других событий, если они могли повлиять на метрологические характеристики анализатора.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 9293-74 (с изм. №№ 1÷3)	«Азот газообразный и жидкий. Технические условия»
ГОСТ 10157-2016	«Аргон газообразный и жидкий. Технические условия»
ГОСТ Р 56069-2014	«Требования к экспертам и специалистам. Поверитель средств измерений. Общие требования»
ГОСТ 12.3.019-80 (с изм. №1)	«ССБТ. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности»
ГОСТ 12.2.007.0-75 (с изм. №№ 1÷4)	«ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»

«Анализаторы водорода в жидком алюминии A/SCAN. Руководство по эксплуатации»

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

Приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

3 ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

3.1 В настоящей методике использованы следующие обозначения:

$i = 1, 2, \dots, 5$ – индекс точки измерения температуры в расплаве;

$j = 1, 2$ – индекс серии измерений (идентификационного номера анализатора);

$k = 1, 2, 3$ – индекс номера единичного измерения температуры расплава;

$m = 1, 2, \dots, 10$ – индекс точки измерения содержания водорода в расплаве;

$l = 1, 2, \dots, 5$ – индекс серии измерений содержания водорода в расплаве;

$n = 1, 2, 3$ – индекс номера единичного измерения содержания водорода в расплаве;

x_{mln}	– результат единичного измерения содержания водорода в расплаве;
x_{ijk}	– результат единичного измерения температуры расплава;
$C_{A,m}$	– аттестованное значение содержания водорода в смеси азота (H_2/N_2), %;
T_i	– заданное значение температуры расплава, °С;
$\Delta_{A,m}$	– погрешность аттестованного значения содержания водорода в смеси азота (H_2/N_2), %;
$\Delta_{A,i}$	– погрешность задания значения температуры расплава, °С;
x_{ln}	– результат измерения l -ой серии единичных измерений содержания водорода в расплаве;
X_m	– результат воспроизведения аттестованного m -го значения содержания водорода в смеси азота (H_2/N_2), %;
X_i	– результат воспроизведения заданного i -го значения температуры расплава, °С;
$S_m^2(\hat{\Delta})$	– дисперсии m -го аттестованного значения содержания водорода расплава алюминия;
$S_i^2(\hat{\Delta})$	– дисперсии i -го значения температуры расплава алюминия;
$S_{c,m}^2$	– дисперсии неисключенной составляющей систематической погрешности m -го аттестованного значения содержания водорода в расплаве алюминия;
$S_{T,i}^2$	– дисперсии неисключенной составляющей систематической погрешности i -го значения температуры расплава алюминия;
$\sigma_m(\hat{\Delta})$	– характеристики случайной составляющей погрешности измерений m -го аттестованного значения содержания водорода в расплаве алюминия;
$\sigma_i(\hat{\Delta})$	– характеристики случайной составляющей погрешности измерений i -го значения температуры расплава алюминия;
Δ_m	– границы допускаемой абсолютной погрешности измерений содержания водорода в m -ной точке расплава алюминия, %;
Δ_i	– границы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры расплава алюминия в i -ой точке, °С;
$\chi_{0,95}^2(f_m)$	– квантиль χ^2 -распределения для вероятности $P = 0,95$ в m -ной точке содержания водорода, д.е.;
$\chi_{0,95}^2(f_i)$	– квантиль χ^2 -распределения для вероятности $P = 0,95$ в i -ой точке температуры расплава алюминия, д.е.;
f_m	– число степеней свободы в m -ной точке содержания водорода, д.е.;
f_i	– число степеней свободы в i -ой точке температуры расплава алюминия, д.е.;
$t_{0,975}$	– двусторонний критерий значимости линейной зависимости измерений от содержания водорода в расплаве для вероятности $P = 0,95$;
r	– коэффициент линейной зависимости измерений от содержания водорода в расплаве, д.е.;
Δ	– предел допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли водорода, мл/100г;

- $\pm\Delta(H)$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли водорода в расплаве алюминия, мл/100г;
- $\pm\delta(H)$ – пределы допускаемой относительной погрешности измерений объемной доли водорода в расплаве алюминия, мл/100г;
- $\pm\delta(T)$ – пределы допускаемой относительной погрешности измерений температуры расплава, °С;

3.2 В настоящей методике использованы следующие сокращения:

- СИ** – средство измерения
- МП** – методика поверки
- РЭ** – руководство по эксплуатации
- ГСИ** – государственная система обеспечения единства измерений

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки проводят операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке		
		первичной	периодической	внеочередной
1 Внешний осмотр	10.1	+	+	-
2 Опробование	10.2	+	+	+
3 Проверка герметичности анализатора	10.3	+	+	+
4 Проверка метрологических характеристик	10.4	+	+	+
4.1 Проверка диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений объемной доли водорода	10.4.1	+	+	+
4.2 Проверка диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений температуры расплава алюминия	10.4.2	+	+	+

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки должны использоваться средства измерений и вспомогательные устройства, приведенные в таблице 2.

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

5.3 Применяемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

Таблица 2 – Средства поверки

№ п.п.	Наименование средства измерений, вспомогательные устройства	Метрологические характеристики
1	ГСО 10665-2015	Объемная доля водорода от 0,10 до 99,0 % с погрешностью от 2,5 до 0,05 %
2	Азот по ГОСТ 9293-74	-
3	Аргон по ГОСТ 10157-2016	-
4	Барометр-анероид БАММ-1	Диапазон измерений от 80 до 106 кПа с погрешностью $\pm 0,2$ кПа
5	Датчики температуры типа КТХА	Диапазон измерений от 293 до 1300 °С с погрешностью $\pm 0,0075 \cdot t $ °С
6	Термогигрометр цифровой Center 315	Диапазон измерения относительной влажности от 10 до 100 % с погрешностью ± 3 %, с диапазоном измерения температуры от минус 20 до 60 °С с погрешностью $\pm 0,8$ °С.
7	Калибратор-вольтметр универсальный В1-28	Диапазон измерений от 0,01 мВ до 700 В с погрешностью $\pm 0,005\%$

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки анализаторов допускают поверителей, аттестованных на соответствие требований ГОСТ Р 56069, изучивших настоящую методику и эксплуатационную документацию на анализаторы, имеющих стаж работы по данному виду измерений не менее 1 (одного) года.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, установленные ГОСТ 12.2.007.0 «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей», а также требования безопасности на средства поверки, изложенные в их руководствах по эксплуатации.

7.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, указанные в эксплуатационных документах на средства поверки и анализатор.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

8.1 Поверка анализатора должна проводиться при нормальных условиях:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5 ;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

9.1. При проведении испытаний соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, требования безопасности электротехнических изделий по ГОСТ 12.2.007.0.

9.2 К проведению испытаний допускают испытателей, изучивших инструкцию по организации и проведению работ по испытаниям СИ, руководство по эксплуатации на анализатор и имеющих стаж работы по данному виду измерений не менее одного года.

9.3 Перед началом поверки анализатор должен находиться в уравновешенном состоянии, т.е. в равновесии с комнатной температурой. Оставить анализатор включенным не менее чем на 4 часа.

9.4 Провести подготовку анализатора к измерениям в соответствии с указанием руководства по эксплуатации.

10 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

10.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проводят:

- проверку комплектности, указанной в РЭ;
- проверку маркировки и четкость обозначения;
- проверку на отсутствие видимых повреждений.

10.2 Опробование

10.2.1 Проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализаторов в соответствии с руководством по эксплуатации.

10.3 Проверка герметичности анализатора

10.3.1 Проверку газонепроницаемость калибратора в замкнутой системе проводят в соответствии с п.9.2.1 руководства по эксплуатации.

10.3.2 После подачи азота в систему показания манометра калибратора в течение 5-ти минут. Значение давления не должно изменяться. В случае падения показаний манометра испытание приостанавливают до устранения течи в калибраторе.

10.3.3 Проверку газонепроницаемость анализатора проводят в соответствии с п.9.2.1 руководства по эксплуатации.

10.3.4 Соединяют вход анализатора с выходом калибратора, а выход анализатора с входом калибратора и открывают впускной запорный клапан анализатора до достижения давления от 310 до 345 мбар.

10.3.5 Проверяют показания манометра калибратора в течение 5-ти минут. Значение давления в калибраторе не должно упасть более чем на 3,5 мбар.

10.3.6 В случае падения показаний манометра более чем на 3,5 мбар, устраняют утечку в анализаторе и повторяют проведение испытания.

10.3.7 Анализатор считают выдержавшим испытание по подр. 10.3, если утечки в анализаторе и калибраторе отсутствуют.

10.4 Проверка метрологических характеристик

10.4.1 Проверка диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений объемной доли водорода

Проверка погрешности измерений объемной доли водорода в расплаве проводят с использованием ГСО 10665-2015 по результатам 5-ти серий измерений по 3-м единичным из-

мерениям в 10-ти точках аттестованного значения содержания водорода в искусственной газовой смеси азота (H_2/N_2).

10.4.1.1 Результаты единичных измерений содержания водорода регистрируют по форме, приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты единичных измерений содержания водорода в ГСО

Номер точки измерения, m	Аттестованное значение, $C_{A,m}, \%$	Погрешность аттестованного значения, $\Delta_{A,m}, \%$	Номер серии измерений, l	Результаты единичных измерений, n , мл/100 г			$\pm\Delta(H)$, мл/100 г	$\pm\delta(H), \%$
				1	2	3		
1	0,03	0,001	1	x_{111}	x_{112}	x_{113}		
					
			5	x_{151}	x_{152}	x_{153}		
2	0,05	0,001	1	x_{211}	x_{212}	x_{213}		
					
			5	x_{251}	x_{252}	x_{253}		
3	0,09	0,013	1	x_{311}	x_{312}	x_{313}		
					
			5	x_{351}	x_{352}	x_{353}		
4	0,15	0,002	1	x_{411}	x_{412}	x_{413}		
					
			5	x_{451}	x_{452}	x_{453}		
5	0,3	0,002	1	x_{511}	x_{512}	x_{513}		
					
			5	x_{551}	x_{552}	x_{553}		
6	0,4	0,002	1	x_{611}	x_{612}	x_{613}		
					
			5	x_{651}	x_{652}	x_{653}		
7	0,5	0,002	1	x_{711}	x_{712}	x_{713}		
					
			5	x_{751}	x_{752}	x_{753}		
8	0,7	0,003	1	x_{811}	x_{812}	x_{813}		
					
			5	x_{851}	x_{852}	x_{853}		
9	0,8	0,003	1	x_{911}	x_{912}	x_{913}		
					
			5	x_{951}	x_{952}	x_{953}		
10	0,95	0,004	1	$x_{10,1,1}$	$x_{10,1,2}$	$x_{10,1,3}$		
					
			5	$x_{10,5,1}$	$x_{10,5,2}$	$x_{10,5,3}$		

10.4.1.2 Результаты измерений содержания водорода и среднеквадратичное отклонение результатов измерений определяют по формулам:

$$X_m = (\sum_{l=1}^5 \sum_{n=1}^3 x_{mln}) / 15, \quad S_m^2(\Delta) = [\sum_{l=1}^5 \sum_{n=1}^3 (x_{mln} - x_{ln})^2] \quad (10.1)$$

10.4.1.3 Характеристику случайной составляющей погрешности измерений в m -ной точке вычисляют по формуле:

$$\sigma_m(\Delta) = S_m(\Delta) \times \sqrt{f_m / \chi_{0,95}^2(f_m)}; \quad (10.2)$$

где f_m – число степеней свободы, равное $(3-1) \cdot 5 = 10$;

$\chi_{0,95}^2(f_m)$ – квантиль χ^2 -распределения для вероятности $P = 0,95$ равен 3,94.

10.4.1.4 Дисперсию неисключенной составляющей систематической погрешности измерений в m -ной точке вычисляют по формуле:

$$S_{c,m}^2 = S_m^2(\dot{\Delta})/10 + \Delta_{A,m}^2/3. \quad (10.3)$$

10.4.1.5 Границы допускаемой абсолютной погрешности измерений содержания водорода в m -ной точке вычисляют по формуле:

$$\Delta_m = 1,96 \times \sqrt{\sigma_m^2(\dot{\Delta}) + S_{c,m}^2}. \quad (10.4)$$

10.4.1.6 Для проверки линейной зависимости погрешности измерений от содержания водорода вычисляют критерий Стьюдента $t_{0,95} = (\sqrt{10-2}) \times r/\sqrt{1-r^2}$, где

$$r = \frac{\sum_{m=1}^{10}(C_{A,m} \times \Delta_m) - \sum_{m=1}^{10} C_{A,m} \times \sum_{m=1}^{10} \Delta_m / 10}{\sqrt{[\sum_{m=1}^{10} C_{A,m}^2 - (\sum_{m=1}^{10} C_{A,m})^2 / 10] \times [\sum_{m=1}^{10} \Delta_m^2 - (\sum_{m=1}^{10} \Delta_m)^2 / 10]}}. \quad (10.5)$$

10.4.1.7 Если $t_{0,95} > 2,306$, то существует линейная зависимость и пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли водорода, мл/100г вычисляют по формуле:

$$\Delta = \alpha_1 + \alpha_2 \cdot C, \quad (10.6)$$

где C – содержание объемной доли водорода, мл/100г;

$$\alpha_1 = \sum_{m=1}^{10} \Delta_m / 10 - \alpha_2 \cdot \sum_{m=1}^{10} C_{A,m} / 10;$$

$$\alpha_2 = \sum_{m=1}^{10} [(\Delta_m - \sum_{m=1}^{10} \Delta_m / 10) \times (C_{A,m} - \sum_{m=1}^{10} C_{A,m} / 10)] / \sum_{m=1}^{10} (C_{A,m} - \sum_{m=1}^{10} C_{A,m} / 10)^2.$$

10.4.1.8 Если неравенство $t_{0,95} > 2,306$ не выполняется, пределы допускаемой относительной погрешности измерений объемной доли водорода, мл/100г вычисляют по формулам, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Формулы расчета пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли водорода $\pm \Delta(H)$

Диапазон объемной доли водорода, мл/100г	Формула расчета $\pm \Delta(H)$
От 0,03 до 0,05 включ.	$1,96 \times \sqrt{S_1^2(\dot{\Delta})/X_1}$
св. 0,05 до 0,1 включ.	$1,96 \times \max \{ \sqrt{S_2^2(\dot{\Delta})/X_2}, \sqrt{S_3^2(\dot{\Delta})/X_3} \}$
св. 0,1 до 0,5 включ.	$1,96 \times \{ \sqrt{S_4^2(\dot{\Delta})/X_4}, \sqrt{S_5^2(\dot{\Delta})/X_5}, \sqrt{S_6^2(\dot{\Delta})/X_6} \}$
св. 0,5 до 1,0 включ.	$1,96 \times \max \{ \sqrt{S_7^2(\dot{\Delta})/X_7}, \sqrt{S_8^2(\dot{\Delta})/X_8}, \sqrt{S_9^2(\dot{\Delta})/X_9}, \sqrt{S_{10}^2(\dot{\Delta})/X_{10}} \}$

10.4.1.9 Допускаемую относительную погрешность измерений объемной доли водорода вычисляют по формуле:

$$\pm \delta(H) = \frac{\pm \Delta(H)}{X_m} \cdot 100 \% \quad (10.7)$$

10.4.1.10 Анализатор считают выдержавшим испытание по подр. 10.4.1, если показатели воспроизводимости измерений во всех точках измерений $\pm \delta(H)$, не превышают 5% от соответствующей объемной доли водорода $C_{A,m}$.

10.4.2 Проверка диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений температуры расплава алюминия

10.4.2.1 Для проверки диапазона и допускаемой относительной погрешности измерений температуры расплава измеряют выходное напряжение с помощью прибора В1-28, подаваемое на вход анализатора, в который подключается датчик температуры. Последовательно

задают на приборе В1-28 значения напряжения для датчика температуры, которые соответствуют величинам температур, указанные в таблице 3.

10.4.2.2 Результаты единичных измерений температуры расплава регистрируют по форме, приведенной в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты единичных измерений температуры расплава алюминия

Номер точки измерения, i	Температура $T_i, ^\circ\text{C}$	Относительная погрешность температуры, %	Номер анализатора, j	Результаты единичных измерений, $k, ^\circ\text{C}$			$\pm\delta(T), \%$
				1	2	3	
1	680	1,2	1	x_{111}	x_{112}	x_{113}	
			2	x_{121}	x_{122}	x_{123}	
2	800	1,2	1	x_{211}	x_{212}	x_{213}	
			2	x_{221}	x_{222}	x_{223}	
3	950	1,2	1	x_{311}	x_{312}	x_{313}	
			2	x_{321}	x_{322}	x_{323}	
4	1100	1,2	1	x_{411}	x_{412}	x_{413}	
			2	x_{421}	x_{422}	x_{423}	
5	1230	1,2	1	x_{511}	x_{512}	x_{513}	
			2	x_{521}	x_{522}	x_{523}	

10.4.2.2 Результаты измерений температуры расплава и среднеквадратичное отклонение результатов измерений определяют по формулам:

$$X_i = (\sum_j^2 \sum_k^3 x_{ijk})/6, \quad S_i^2(\Delta) = [\sum_j^2 \sum_k^3 (x_{ijk} - x_{jk})^2]/4; \quad (10.8)$$

где i – номер точки измерений ($i=1, 2, \dots, 5$);

j – номер анализатора ($j=1, 2$);

k – номер единичного измерения ($k=1, 2, 3$).

10.4.2.3 Характеристику случайной составляющей погрешности измерений в i -ой точке вычисляют по формуле:

$$\sigma_i(\Delta) = S_i(\Delta) \times \sqrt{f_i/\chi_{0,95}^2(f_i)}; \quad (10.9)$$

где f_i – число степеней свободы, равное $(3-1) \cdot 2=4$;

$\chi_{0,95}^2(f_i)$ – квантиль χ^2 -распределения для вероятности $P=0,95$ равен 0,711.

10.4.2.4 Дисперсию неисключенной составляющей систематической погрешности измерений в i -ой точке вычисляют по формуле:

$$S_{T,i}^2 = S_i^2(\Delta)/4. \quad (10.10)$$

10.4.2.5 Границы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры расплава в i -ой точке вычисляют по формуле:

$$\Delta_i = 1,96 \times \sqrt{\sigma_i^2(\Delta) + S_{C,i}^2}. \quad (10.11)$$

10.4.2.6 Пределы допускаемой относительной погрешности измерений температуры расплава $\pm\delta(T)$ вычисляют по формуле:

$$\pm \delta(T) = \pm \frac{\Delta_i}{T_i} \cdot 100 \% \quad (10.12)$$

10.4.2.7 Анализатор считают выдержавшим испытание по подр. 10.4.2, если показатели воспроизводимости измерений во всех точках измерений $\pm\delta(T)$ не превышают 1,2 %.


11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 При положительных результатах поверки поверительное клеймо наносится на корпус анализатора.

11.2 Результаты поверки оформляется свидетельством о поверке в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 2 июля 2015 года «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

11.3 При отрицательных результатах поверки по любому из пунктов настоящей методики, анализатор к дальнейшей эксплуатации не допускают, свидетельство о поверке аннулируется и выписывается извещение о непригодности к применению в соответствии с приказом Минпромторга РФ №1815 от 2 июля 2015 года «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию».

Начальник отдела СНТР



(подпись)

Н.М. Лясковский


Инженер II категории отдела
СНТР



(подпись)

Е.Н. Попова

Ведущий инженер отдела
СНТР



(подпись)

С.Г. Пурнов