

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)



СОГЛАСОВАНО

**И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

Е.П. Собина

"15" апреля 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Анализаторы газов в твердых материалах МЕТАВАК

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 13-251-2021**

**Екатеринбург
2021 г.**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ ведущий инженер лаб. 251, к.т.н., Мигаль П.В.
3. СОГЛАСОВАНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	4
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки	6
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13 Оформление результатов поверки	8

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы газов в твердых материалах МЕТАВАК. Методика поверки	МП 13-251-2021
---	-----------------------

Дата введения в действие «15» апреля 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы газов в твердых материалах МЕТАВАК (далее – анализаторы), изготовленные ООО НПО «Эксан», г. Ижевск и устанавливает методы первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к стандартным образцам, аттестованным путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга РФ от 28.08.2020 № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

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

2.2 ГОСТ 6709-92 Вода дистиллированная. Технические условия.

2.3 Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

2.4 Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик средства измерений	11	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 13.

3.3 На основании письменного заявления владельца системы или лица, представившего систему на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С: от 15 до 30;
- относительная влажность, %, не более: 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2:

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
Стандартный образец состава титана (Ti NON CO УНИИМ) ГСО 11575-2020	<ul style="list-style-type: none"> - интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли азота от 0,001 до 0,01 включ. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 20 % при $P=0,95$; - интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли азота св. 0,01-0,02 включ. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 10 % при $P=0,95$; - интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли кислорода от 0,01 до 0,2 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 7 % при $P=0,95$; - интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли водорода от 0,0005 до 0,0022 включ. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 20 % при $P=0,95$; - интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли водорода от 0,002 до 0,025 включ. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 10 % при $P=0,95$
ГСО 8725-2005 Стандартный образец массовой доли кислорода, водорода и азота в стали углеродистой (СГ-18)	Аттестованное значение массовой доли азота 0,00384 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00016$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли кислорода 0,00167 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00016$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли водорода 0,00015 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00003$ % при $P = 0,95$
ГСО 10672-2015 Стандартный образец массовой доли азота и кислорода в стали (ИСО 7-14)	<ul style="list-style-type: none"> - интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли азота от 0,0005 до 0,2 %, границы допускаемых значений расширенной неопределенности аттестованного значения от 0,00016 до 0,008 % при $P = 0,95$ ($k=2$); - интервал допускаемых аттестованных значений

Наименование	Метрологические и технические требования
	массовой доли кислорода св. 0,00020 до 0,012 %, границы допускаемых значений расширенной неопределенности аттестованного значения от 0,00020 до 0,012 % при $P=0,95$ ($k=2$)
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4
Весы лабораторные электронные	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011

6.1 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа, средства измерений - поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы массовой доли поверяемому анализатору.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки

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

9.2 Провести проверку герметичности системы в соответствии с процедурами, описанными в РЭ.

9.3 Опробование считать успешным, если:

- устанавливается связь анализатора с ПО;
- анализатор успешно проходит проверку герметичности системы.

9.4 Образцы для измерений должны быть подготовлены в соответствии с их паспортом и разделом 15 «Методики анализа» РЭ.

9.5 Условия окружающей среды при проведении настройки анализатора должны соответствовать указанному в п.4 настоящей методики поверки.

9.6 Анализатор прогревают в течение (30-40) минут. Убеждаются в том, что окислительная печь достигла рабочей температуры.

9.7 Пустые графитовые тигли помещают в камеру анализатора и после процедуры предварительной дегазации для каждого j -го анализируемого компонента проводят не менее девяти измерений выходного сигнала ($w_{ij \text{ blank}}$, %) анализатора. При каждом измерении массу образца задавать равной 1000 мг.

9.8 Для каждого j -го анализируемого компонента из девяти результатов измерений выбирают пять, отбросив по два с наибольшими и наименьшими значениями и рассчитывают значение холостой поправки по j -му каналу согласно формуле

$$\bar{w}_{ij} = \frac{\sum_{i=1}^N w_{ijblank}}{n}, \quad (1)$$

где $w_{ijblank}$ – неотброшенные результаты i -го измерения выходного сигнала j -го компонента на анализаторе, %;

n – число неотброшенных результатов измерений.

9.9 Значение холостой поправки по j -му каналу вводят в меню анализатора согласно РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационное наименование и номер версии ПО проверяют следующим образом: при включении анализатора в всплывающем окне ПО отобразится номер версии и цифровой идентификатор ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MetavakHNO
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Открывают баллон с газом носителем. В качестве газа-носителя при измерении массовой доли кислорода и азота применяют гелий (He), при измерении массовой доли водорода в анализируемой пробе применяют в качестве газа-носителя аргон (Ar) или азот (N₂).

11.2 Загружают программу анализатора согласно п. 9.1 РЭ.

11.3 На весах I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 берут навеску стандартного образца по п.6 настоящей методики поверки, необходимую для проведения анализа в соответствии с РЭ анализатора. Проводят не менее девяти измерений массовой доли анализируемого компонента (w_{ij} , %) в соответствии с РЭ.

11.4 Для каждого j -го анализируемого компонента из девяти результатов измерений выбирают пять, отбросив по два с наибольшими и наименьшими значениями.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по пп. 11.1–11.4 настоящей методики поверки для каждого j -го анализируемого компонента из девяти результатов измерений массовой доли выбирают пять, отбросив по два с наибольшими и наименьшими значениями и рассчитывают пределы обнаружения (l_j , %), среднее арифметическое значение массовой доли (\bar{w}_j , %), относительное среднее квадратическое отклонение массовой доли каждого определяемого компонента (S_j , %), значение инструментальной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли (δ_j , %) анализатора для каждого j -го анализируемого компонента по формулам:

$$\bar{w}_j = \frac{\sum_{i=1}^N w_{ij}}{n}, \quad (2)$$

$$S_j = \frac{100}{\bar{w}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (w_i - \bar{w}_j)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$l_j = 6 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (w_{ijblank} - \bar{w}_{jblank})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

$$\delta_j = \frac{200}{\bar{w}_j} \sqrt{\frac{\left(\frac{S_j \bar{w}_j}{100}\right)^2}{n} + \frac{(\bar{w}_j - A_j)^2}{3}}, \quad (5)$$

где w_{ij} – i -й неотброшенный результат измерений массовой доли j -го компонента в стандартном образце по п. 6 настоящей методики поверки на анализаторе, %;

$w_{ijblank}$ – результат i -го измерения выходного сигнала j -го компонента на анализаторе по пп. 9.6-9.7, %.

\bar{w}_{jblank} – среднее арифметическое значение результатов измерений по пп. 9.6-9.7, которое рассчитывают по формуле (1), %;

A_j – аттестованное значение массовой доли j -го компонента в стандартном образце по п. 6 настоящей методики поверки, %.

n – число неотброшенных результатов измерений.

12.2 Полученные значения метрологических характеристик должны удовлетворять требованиям Таблица 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массовой доли, %:	
- азот	от 0,0001 до 3,0
- кислород	от 0,0001 до 5,0
- водород	от 0,00001 до 4,0
Предел обнаружения, %:	
- азот	0,0005
- кислород	0,0005
- водород	0,00005
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения массовой доли ¹⁾ , %:	
- азот	5,0
- кислород	
- водород	
Пределы допускаемой инструментальной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли ¹⁾ , %	±10,0

¹⁾ – при массовой доли аналита более чем в 10 раз превышающей предел обнаружения и массе пробы более 200 мг

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Предусмотрено нанесение знака поверки на лицевую поверхность корпуса анализатора

или в паспорт.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Разработчик:

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



П.В. Мигаль