

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

УТВЕРЖДАЮ



В.В. Казанцев

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
АНАЛИЗАТОРЫ АЗОТА, КИСЛОРОДА И ВОДОРОДА LECO
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 42-241-2011

Екатеринбург

2011

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛИ Собина Е.П., Медведевских М.Ю.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА зам. директора ФГУП «УНИИМ» в ноябре 2011 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
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.....	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	11

Государственная система обеспечения единства измерений.

Анализаторы азота, кислорода и водорода LECO.

МП 42-241-2011

Методика поверки

Дата введения в действие: ноябрь 2011 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы азота, кислорода и водорода LECO (далее - анализаторы) производства фирмы "LECO Corporation" (США) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Проверка 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 нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

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

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
I	2	3	4
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Проверка электрического сопротивления изоляции	8.2	да	нет
3 Опробование	8.3	да	да
4 Проверка метрологических характеристик	8.4	да	да
4.1 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода	8.4.1	да	да

1	2	3	4
4.2 Проверка относительной погрешности при измерении массовой доли кислорода, азота и водорода	8.4.2	да	да
4.3 Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода	8.4.3	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведение поверки применяют следующие средства поверки:

- Государственные стандартные образцы, приведенные в таблице 2

Таблица 2 - Государственные стандартные образцы состава, используемые при поверке

№ ГСО	Компонент	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения, %
ГСО 8633-2004	кислород	0,00012	0,00004
ГСО 8444-2003	кислород	0,0033	0,0005
ГСО 8446-2003	кислород	0,0361	0,0006
	азот	0,0022	0,0002
ГСО 5486-90	кислород	0,172	0,006
ГСО 8445-2003	азот	0,0470	0,0007
ГСО 2894-84	азот	1,79	0,01
ГСО 8448-2003	водород	0,00017	0,00004
ГСО 3608-87	водород	0,0023	0,0002

- Мегаомметр М4100/3, зав. № 289899, диапазон измерений от 0 до 100 МОм, свидетельство о поверке № 223891 до 27.09.2011 г., выдано ФГУ «УРАЛТЕСТ»;

- Секундомер механический СОСпр-2Б-2, зав. № 6610, (0-60) мин; погрешность $\pm 0,40$ с, отметка о первичной поверке в паспорте до декабря 2011 г., ОАО «Златоустовский часовой завод»

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

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия проведения поверки

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, (при $t = 20$ °C), % 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 подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Приготовить государственные стандартные образцы, предусмотренные в качестве эталонных средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

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 Проверка электрического сопротивления изоляции

Проверку электрического сопротивления изоляции цепи сетевого питания проводят с помощью мегаомметра типа М4100/3 до 500 В. Измеряют сопротивление между штырем сетевого разъема анализатора и его корпусом при выключенном анализаторе. Сопротивление изоляции должно быть не менее 2 МОм.

8.3 Опробование.

8.3.1 Включить анализатор и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики;

8.3.2 Провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

8.3.3 Провести проверку идентификационных данных 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 исполнительного файла ПО 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

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
LECO Corner-stone	LECO Corner-stone (lecoONH.leco)	1.xx	52274db0e77300a424 c6f7bccca7235a4	md5

8.4 Проверка метрологических характеристик.

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

8.4.1 Проверка относительного СКО случайной составляющей погрешности в диапазоне измерений массовой доли кислорода, азота и водорода

Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли компонентов проводится с использованием ГСО, указанных в таблице 1 настоящей программы. Масса навески каждого ГСО – 1 г.

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

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

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

где X_i – результат i -го измерения массовой доли компонента в j -м ГСО, %;

n – число измерений.

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

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

По результатам измерений, полученным по 4.4.1, рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли компонентов для каждого ГСО d_0 , % в соответствии с ГОСТ 8.207 по формуле

$$d_0 = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + 1.1 \cdot \sqrt{(\bar{X}_j - A_j)^2 + \Delta A_j^2}}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{(\bar{X}_j - A_j)^2 + \Delta A_j^2}{3}} \right] A_j} \cdot \sqrt{\frac{\Delta A_j^2 + (\bar{X}_j - A_j)^2}{3} + \frac{S^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где A_j и ΔA_j - аттестованные значения массовой доли компонента в j -ом ГСО и их погрешность соответственно, %.

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

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

8.4.3 Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода

Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода производится одновременно с определением погрешности по 8.4.1 – 8.4.2. Диапазоны измерений массовой доли кислорода, азота и водорода должны удовлетворять требованиям таблицы А.1.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на боковую поверхность анализатора или на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчики:

Зав. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»

М.Ю. Медведевских

С.н.с. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Метрологические и технические характеристики анализаторов азота, кислорода и водорода LECO

Таблица А.1

Наименование характеристик	Значения характеристик для модификации								
	ONH836, TCH600	O836	N836	H836EN, RHEN602	H836	ON736	OH736	NH736	O736
Диапазоны измерений массовой доли, %									
- азота	$0,5 \cdot 10^{-5} - 3$		$0,5 \cdot 10^{-5} - 3$			$0,5 \cdot 10^{-4} - 3$		$0,5 \cdot 10^{-4} - 3$	
- кислорода	$0,5 \cdot 10^{-5} - 5$	$0,5 \cdot 10^{-5} - 5$				$0,5 \cdot 10^{-4} - 0,2$	$0,5 \cdot 10^{-4} - 0,2$		
- водорода	$1 \cdot 10^{-5} - 0,25$			$0,5 \cdot 10^{-5} - 0,025$	$1 \cdot 10^{-5} - 0,25$		$1 \cdot 10^{-5} - 0,25$	$1 \cdot 10^{-5} - 0,25$	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли, %, в диапазонах измерений									
до 2 млн^{-1} включ.						± 50			
свыше 2 млн^{-1} до 10 млн^{-1}						± 30			
свыше 10 млн^{-1} до 200 млн^{-1}						± 20			
свыше 200 млн^{-1}						$\pm 4,5$			
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли, %									
- азота	4					4			
- кислорода	6	6	4		4	6	4	6	4
- водорода	7		7		7	7	7		

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

Документ на поверку: «ГСИ. Анализаторы азота, кислорода и водорода LECO. Методика поверки. МП 42-241-2011».

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

№ ГСО, наимено- вание компо- нента	Аттестован- ное значение массовой до- ли компонен- та, %	Результаты из- мерений массо- вой доли компо- нента, %	Относительное СКО случайной составляющей по- грешности, в диа- пазоне измерений массовой доли компоненты, %	Нормируемые значения относительного СКО слу- чайной составляющей погрешности, в диапазоне измерений массовой доли компонента, %

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

№ ГСО, наименование компонента	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Результаты измерений массовой доли компонента, %	Относительная погрешность измерений массовой доли компонента, %	Нормируемые значения относительной погрешности измерений массовой доли компонента, %

Результат проведения поверки: _____

Организация, проводившая поверку_____

Поверитель _____
(Ф.И.О.) подпись

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» 20__ г., №_____