

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

**УТВЕРЖДАЮ**



**Зам. директора ФГУП «УНИИМ»**

**В.В. Казанцев**

**" 22 " // 2011 г.**

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ  
АНАЛИЗАТОРЫ АЗОТА, КИСЛОРОДА И ВОДОРОДА ЛЕСО  
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

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ .....</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>6</b>
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ .....	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>8</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А.....</b>	<b>10</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....</b>	<b>11</b>

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы азота, кислорода и водорода LECO. Методика поверки	МП 42-241-2011
--	----------------

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.

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 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>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
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

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>
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 проведении 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  $t = 20\text{ °C}$ ), % 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 Cornerstone	LECO Cornerstone (lecoONH.leco)	1.xx	52274db0e77300a424 c6f7bcca7235a4	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 ( $S$ ) 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  $\Delta A_j$  - 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	$0,5 \cdot 10^{-5} - 5$	$0,5 \cdot 10^{-5} - 5$				$0,5 \cdot 10^{-4} - 0,2$	$0,5 \cdot 10^{-4} - 0,2$		$0,5 \cdot 10^{-4} - 0,2$
- 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 $2 \text{ млн}^{-1}$ включ.	$\pm 50$								
свыше $2 \text{ млн}^{-1}$ до $10 \text{ млн}^{-1}$	$\pm 30$								
свыше $10 \text{ млн}^{-1}$ до $200 \text{ млн}^{-1}$	$\pm 20$								
свыше $200 \text{ млн}^{-1}$	$\pm 4,5$								
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли, %									
- азота	4		4		4		4		4
- кислорода	6	6			6	6		6	
- водорода	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, наименование компонента	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Результаты измерений массовой доли компонента, %	Относительное СКО случайной составляющей погрешности, в диапазоне измерений массовой доли компонента, %	Нормируемые значения относительного СКО случайной 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., №\_\_