

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

2025 г.

«ГСИ. Анализаторы азота, кислорода и водорода ЛЕСО.

Методика поверки»

МП 42-241-2011

(с изменением №1)

Екатеринбург

2025

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 и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в ноябре 2011 г.

с изменением №1, согласованным УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в январе 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы азота, кислорода и водорода LECO. Методика поверки (с изменением №1)	МП 42-241-2011
---	-----------------------

1 Общие положения

1.1 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 осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к:

- Государственному первичному эталону единицы массы – килограмму ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 года № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы», использованием стандартных образцов, аттестованных путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга России от 28.08.2020 года № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

- Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31.12.2020 года № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах».

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений массовой доли азота, кислорода и водорода в стандартных образцах.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели							
	ONH836, TCH600	O836	N836	ON836	H836EN, RHEN602	H836	ON736	O736
Диапазоны измерений массовой доли, %:								
- азота	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 3	—	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 3	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 3	—	—	от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до 3	—
- кислорода	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 5	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 5	—	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 5	—	—	от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до 0,2	от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до 0,2
- водорода	от $1 \cdot 10^{-5}$ до 0,25	—	—	—	от $0,5 \cdot 10^{-5}$ до 0,025	от $1 \cdot 10^{-5}$ до 0,25	—	—
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли, %, в диапазонах измерений:								
- до 2 млн^{-1} включ.	± 50							
- св. 2 млн^{-1} до 10 млн^{-1} включ.	± 30							
- св. 10 млн^{-1} до 200 млн^{-1} включ.	± 20							
- св. 200 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	—

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ 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»

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

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 года № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

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

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик:			
- определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода;	да	да	11.1
- определение относительной погрешности при измерении массовой доли кислорода, азота и водорода;	да	да	11.2
- проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода.	да	да	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	Диапазон измерений сопротивления от 0 до 100 Мом, КТ 1,0	Мегаомметр М4100/3, рег.№ 3424-73
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег.№ 79348-20
	Массовая доля кислорода 0,00012 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,00004$ % при $P=0,95$	ГСО 8633-2004
	Массовая доля: кислорода от 0,0200 до 0,0450 %, азота от 0,0020 до 0,0050 %; границы абсолютной погрешности: кислорода $\pm 0,003$ %, азота $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$	ГСО 8446-2003
	Массовая доля кислорода 0,172 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,006$ % при $P=0,95$	ГСО 5486-90
	Массовая доля азота от 1 до 3 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,009$ до $\pm 0,03$ % при $P=0,95$	ГСО 2894-84
	Массовая доля водорода от 0,0023 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0003$ % при $P=0,95$	ГСО 3608-87
	Массовая доля: азота от 0,0005 до 0,02 %, кислорода от 0,0005 до 0,002 %; границы абсолютной погрешности: азота от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,0004$ %, кислорода от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,0004$ % при $P=0,95$	ГСО 9110-2008
	Массовая доля: азота 0,00384 %, кислорода 0,00167 %; границы абсолютной погрешности: азота $\pm 0,00016$ %, кислорода $\pm 0,00016$ % при $P=0,95$	ГСО 8725-2005
	Массовая доля азота от 0,0005 до 0,8%; границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00016$ до $\pm 0,03$ % при $P=0,95$	ГСО 10810-2016
	Массовая доля кислорода 0,02 %; границы абсолютной погрешности $\pm 0,0004$ % при $P=0,95$	ГСО 9725-2010
	Массовая доля: кислорода от 0,0010 до 0,1000 %, азота от 0,0010 до 0,001 %, водорода от 0,0001 до 0,0010 %; границы абсолютной погрешности: кислорода от $\pm 0,0005$ до $\pm 0,002$ %, азота от $\pm 0,0005$ до $\pm 0,005$ %, водорода $\pm 0,0001$ % при $P=0,95$	ГСО 11699-2021 / ГСО 11701-2021

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

6.4 При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартных образцов утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к первичному эталону единицы величины того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- соответствие комплектности указанной в руководстве по эксплуатации (далее – 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, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.1.3 Проверка электрического сопротивления изоляции

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

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики.

9.2.2 Провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии ПО выводится в окне ПО анализатора при включении анализатора.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в описании типа.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода

11.1.1 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода провести с использованием ГСО, указанных в таблице 3. ГСО подобрать таким образом, чтобы обеспечить наличие хотя бы одной измерительной точки массовой доли кислорода, азота и водорода в каждом проверяемом поддиапазоне измерений. При отсутствии стандартного образца утвержденного типа с требуемым аттестованным значением допускается приготовление навесок стандартного образца с моделируемым значением в соответствии с приложением А.

11.1.2 Провести не менее пяти измерений массовой доли компонента в соответствии с РЭ каждого ГСО. Масса навески каждого ГСО – 1 г (либо в соответствии с приложением А).

11.2 Определение относительной погрешности при измерении массовой доли кислорода, азота и водорода

Определение относительной погрешности при измерении массовой доли кислорода, азота и водорода провести одновременно с определением относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода по 11.1.

11.3 Проверка диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода

11.3.1 Проверку диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода провести одновременно с определением относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода по 11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое результатов измерений массовой доли i -ого элемента (Y_i , %), СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли i -ого элемента (S_i , %) и относительное СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли i -ого элемента (σ_i , %) по формулам

$$Y_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n} \quad (1)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - Y_i)^2}{n-1}} \quad (2)$$

$$\sigma_i = \frac{S_i \cdot 100}{Y_i} \quad (3)$$

где Y_{ij} – j -ый результат измерений массовой доли i -ого элемента в ГСО, %;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кислорода, азота и водорода не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать относительную погрешность при измерении массовой доли i -ого элемента (δ_{0i} , %) по формуле

$$\delta_{0i} = \frac{\frac{tS_i}{\sqrt{n}} + 1.1 \cdot \sqrt{(Y_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}}{\left[\frac{S_i}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{(Y_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}{3}} \right] A_i} \cdot \sqrt{\frac{\Delta A_i^2 + (Y_i - A_i)^2}{3} + \frac{S_i^2}{n}} \cdot 100 \quad (4)$$

где A_i и ΔA_i – аттестованные значения массовой доли компонента i -ого элемента в 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 при измерении массовой доли кислорода, азота и водорода не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.3 Полученные значения диапазона измерений массовой доли кислорода, азота и водорода должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 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. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли элементов

А.1 Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли элементов провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

А.2 Рассчитать моделируемое значение массовой доли элементов (C_i) в подготовленной навеске по формуле

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

где A_i – аттестованное значение массовой доли элемента в соответствии с паспортом, %;

m_1 – масса навески СО, измеренная на весах, г;

m_2 – масса навески, установленная вручную в ПО анализатора, г.

Таблица А.1 – Моделирование массовой доли элементов с помощью навесок стандартных образцов твердых веществ

№ СО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в СО, %	Масса навески СО m_1 , г	Масса навески СО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 8725-2005	Азот	0,00384	0,1	2,0	0,00019

Примечание – Расчет приведен для примера. Значения навесок СО следует выбирать исходя из аттестованного значения СО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.

А.3 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 – абсолютная погрешность весов, г;

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