

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

28 февраля 2025 г.



**«ГСИ. Анализаторы газообразующих элементов
в неорганических материалах Melytec.**

Методика поверки»

МП 9-251-2024

г. Екатеринбург

2025 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, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 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	9
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	9
12	Оформление результатов поверки	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на анализаторы газообразующих элементов в неорганических материалах Melytec (далее – анализаторы), выпускаемые фирмой «Jinan Beiyan Instrument Co., Ltd», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов:

– к ГЭТ 154 «Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены по аттестованным методикам измерений, предусматривающим применение стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к ГЭТ 154 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

и (или)

– к ГЭТ 3 «Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 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 модификации					
	ONH100	ON100	OH100	O100	N100	H100
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли элемента, %:						
- канал «низкий кислород» ¹⁾	7	7	7	7	-	-
- канал «низкий азот» ²⁾	7	7	-	-	7	-
- канал «низкий водород» ³⁾	8	-	8	-	-	8
- канал «высокий кислород» ⁴⁾	5	5	5	5	-	-
- канал «высокий азот» ⁵⁾	5	5	-	-	5	-
- канал «высокий водород» ⁶⁾	6	-	6	-	-	6
Предел обнаружения, %, не более:						
- канал «низкий кислород»	8·10 ⁻⁵	8·10 ⁻⁵	8·10 ⁻⁵	8·10 ⁻⁵	-	-
- канал «низкий азот»	9·10 ⁻⁵	9·10 ⁻⁵	-	-	9·10 ⁻⁵	-
- канал «низкий водород»	5·10 ⁻⁵	-	5·10 ⁻⁵	-	-	5·10 ⁻⁵
- канал «высокий кислород»	3·10 ⁻³	3·10 ⁻³	3·10 ⁻³	3·10 ⁻³	-	-
- канал «высокий азот»	3·10 ⁻³	3·10 ⁻³	-	-	3·10 ⁻³	-
- канал «высокий водород»	1·10 ⁻³	-	1·10 ⁻³	-	-	1·10 ⁻³

1) значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей кислорода в диапазоне от 0,001 % до 0,03 %;

2) значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей азота в диапазоне от 0,001 % до 0,05 %;

3) значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей водорода в диапазоне от 0,0005 % до 0,01 %;

4) значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей кислорода в диапазоне свыше 0,1 %;

5) значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей азота в диапазоне свыше 0,07 %;

6) значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей водорода в диапазоне свыше 0,5 %.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

– Приказ Росстандарта Российской Федерации 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»;

– ГОСТ OIML R 76-1-2011 «ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов	да	да	11.1
Проверка предела обнаружения	да	да	11.2

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 проводить периодическую поверку для меньшего числа измеряемых элементов (для модификаций анализаторов ONH100, ON100, OH100) и (или) для меньшего числа каналов для каждого измеряемого элемента (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 18 до + 25
- 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 Руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор.

5.2 Для получения экспериментальных данных с анализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	– Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; – Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	– СО массовой доли кислорода, водорода и азота в стали углеродистой: аттестованное значение массовой доли азота 0,00384 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00016$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли кислорода 0,00167 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00016$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли водорода 0,00015 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00003$ % при $P = 0,95$;	ГСО 8725-2005
	– СО состава стали: аттестованное значение массовой доли кислорода от 0,0010 % до 0,0100 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0005$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли азота от 0,0010 % до 0,0100 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0005$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли водорода от 0,0001 % до 0,0010 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0001$ % при $P = 0,95$;	ГСО 11699-2021
	– СО состава стали: аттестованное значение массовой доли кислорода от 0,0010 % до 0,1000 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0005$ % при $P = 0,95$; аттестованное	ГСО 11700-2021

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	значение массовой доли азота от 0,010 % до 0,100 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,005$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли водорода от 0,0001 % до 0,0010 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0001$ % при $P = 0,95$;	
	– СО состава стали: аттестованное значение массовой доли кислорода от 0,005 % до 0,015 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,002$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли азота от 0,010 % до 0,100 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,005$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли водорода от 0,0001 % до 0,0010 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0001$ % при $P = 0,95$;	ГСО 11701-2021
	– СО массовой доли азота и кислорода в стали: аттестованное значение массовой доли азота от 0,0005 % до 0,2 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,00016$ % до $\pm 0,008$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли кислорода от 0,0005 % до 0,2 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,00020$ % до $\pm 0,012$ % при $P = 0,95$;	ГСО 10672-2015
	– СО массовой доли водорода в гидриде титана: аттестованное значение массовой доли водорода от 1,0 % до 4,0 %, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,5$ % при $P = 0,95$;	ГСО 11021-2018
	– СО состава стали высоколегированной: аттестованное значение массовой доли азота 0,024 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,001$ % при $P = 0,95$; аттестованное значение массовой доли кислорода 0,172 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,006$ % при $P = 0,95$;	ГСО 5486-90
	Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, наибольший предел взвешивания не менее 50 г	Весы лабораторные электронные BP221S (рег. № 17935-98)
Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 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 устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие 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 прекращается, анализатор бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термодигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают анализатор в соответствии с РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора: в строке команд основного окна ПО выбирают пункт «Помощь»; в открывшемся меню выбрать пункт «О программе» – откроется окно «Справка», содержащее идентификационное наименование ПО и номер версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ONH
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	2.X.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	-

* «X» не относятся к метрологически значимой части ПО и могут принимать цифровые значения от 0 до 9

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения результатов измерений массовой доли элемента

11.1.1 Для определения относительного среднего квадратичного отклонения (далее – ОСКО) результатов измерений массовой доли элемента используют стандартные образцы по п. 6.1 настоящей методики поверки.

11.1.2 Навеску стандартного образца массой не менее 0,5¹⁾ г, взвешенную при помощи весов по п. 6.1 настоящей методики поверки, помещают в устройство для подачи проб анализатора. В импульсную печь устанавливают графитовый тигель. Запускают анализ,

¹⁾ Для CO, массовая доля определяемых элементов в которых превышает 0,1 %, допускается использовать навеску образца от 0,01 г, ориентируясь на уровень выходного сигнала анализатора при анализе.

по завершении которого фиксируют значение массовой доли и значение выходного сигнала для каждого определяемого элемента и заданного канала в протоколе свободной формы. Проводят не менее 5 измерений.

11.1.3 Рассчитывают ОСКО результатов измерений массовой доли каждого определяемого элемента на заданном канале анализатора S_{ri} , %, в стандартном образце по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{\omega}_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где S_i – среднее квадратическое отклонение массовой доли i -го элемента в стандартном образце на заданном канале анализатора, %, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{ij} - \bar{\omega}_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где n – количество измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце на заданном канале анализатора;

ω_{ij} – j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента на заданном канале анализатора в стандартном образце, %;

$\bar{\omega}_i$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i -го элемента на заданном канале анализатора в стандартном образце, %:

$$\bar{\omega}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{ij}}{n}. \quad (3)$$

11.1.4 Полученные значения ОСКО результатов измерений массовой доли элементов на заданном канале анализатора не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

11.2 Проверка предела обнаружения

11.2.1 Для проверки предела обнаружения проводят измерения выходного сигнала в отсутствии пробы (фоновый сигнал). В импульсную печь устанавливают графитовый тигель. Запускают анализ, по завершении которого фиксируют значение выходного сигнала для каждого определяемого элемента и заданного канала в протоколе свободной формы. Проводят не менее 5 измерений.

11.2.2 Для каждого определяемого элемента на заданном канале анализатора рассчитывают среднее квадратичное отклонение значений выходного фонового сигнала при анализе пустого тигля $S_{\phi i}$, (мВ·с), по формуле

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^t (Y_{\phi il} - \bar{Y}_{\phi i})^2}{t-1}}, \quad (4)$$

где t – количество измерений выходного фонового сигнала i -го элемента на заданном канале анализатора;

$Y_{\phi il}$ – l -ый результат измерений выходного фонового сигнала i -го элемента на заданном канале анализатора, мВ·с;

$\bar{Y}_{\phi i}$ – среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала i -го элемента на заданном канале анализатора, (мВ·с):

$$\bar{Y}_{\phi i} = \frac{\sum_{l=1}^t Y_{\phi il}}{t}. \quad (5)$$

11.2.3 С учетом данных, полученных в п. 11.1.2 настоящей методики поверки, рассчитывают предел обнаружения для каждого определяемого элемента на заданном канале анализатора C_{imin} , %, по формуле

$$C_{imin} = \frac{3 \cdot S_{\phi i} \cdot A_i}{\bar{Y}_i} \cdot \frac{\bar{m}_i}{m_{\phi}}, \quad (6)$$

где

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}, \quad (7)$$

$$\bar{m}_i = \frac{\sum_{j=1}^n m_{ij}}{n}, \quad (8)$$

Y_{ij} – j -ое значение выходного сигнала при измерении i -го элемента стандартного образца на заданном канале анализатора, полученное по п. 11.1.2 настоящей методики поверки, (мВ·с);

m_{ij} – j -ая масса навески стандартного образца, взятая по п. 11.1.2 настоящей методики поверки, г;

A_i – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %;

m_{ϕ} – масса пробы, задаваемая в анализаторе при измерении фонового сигнала, $m_{\phi} = 1$ г.

11.2.4 Полученные значения предела обнаружения элементов на заданных каналах анализатора не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

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



Засухин А.С.