

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«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

/2 2024 г.

**«ГСИ. Анализаторы кислорода, азота, водорода ONH-600R.
Методика поверки»**

МП 70-221-2024

Екатеринбург

2024

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. лаб. 221 Тюрина А.Е.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	5
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ	5
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	6
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ	6
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	8
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	9
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	9
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	10
ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы кислорода, азота, водорода ONH-600R (далее – анализаторы), выпускаемые Jiangsu Pinyan Photoelectric Technology Co., Ltd., Китай. Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к:
- ГЭТ 176 «ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» по Приказу Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и Приказу Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. N 148» методом прямых измерений с помощью стандартных образцов утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 176;

- 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 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (ДИ), указанными в таблице 1, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами, приведенными в разделе 1.2 настоящей методики поверки. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений массовой доли, % - кислорода - азота - водорода	от 0,0001 до 1 от 0,0001 до 3 от 0,0001 до 0,1
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений массовой доли кислорода, %	5
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли азота, %, в поддиапазонах: - от 0,0001 % до 0,01 % включ. - св. 0,01 % до 3 % включ.	15 2,5
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли водорода, %	10

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %	2,5
Чувствительность, усл.ед/мг, не менее	
- кислорода	2
- азота	0,5
- водорода	80

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок
- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах
- Приказ Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. N 148
- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке
- ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение			

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
соответствия средства измерений метрологическим требованиям			
4.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений массовой доли элементов и проверка диапазона измерений	да	нет ¹⁾	11.1
4.2 Определение относительного СКО выходного сигнала	да	да	11.2
4.3 Определение чувствительности	да	да	11.3
¹⁾ При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по 11.1 настоящей методики не выполняют. Инструментальную часть неисключённой систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала.			

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа анализируемых элементов, на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы, настоящую методику поверки и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические и технические 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
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр ИВА-6 модификация ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям. Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений массовой доли элементов и проверка диапазона измерений. Определение относительного СКО выходного сигнала. Определение чувствительности	Массовая доля водорода от 0,0005 % до 0,02 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00016$ % до $\pm 0,0016$ % при $P=0,95$; массовая доля кислорода от 0,01 % до 0,4 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0016$ % до $\pm 0,020$ % при $P=0,95$; массовая доля азота от 0,002 % до 0,02 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0006$ % до $\pm 0,0020$ % при $P=0,95$. Массовая доля азота 0,0043 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0001$ % при $P=0,95$; массовая доля кислорода 0,02 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0004$ % при $P=0,95$. Массовая доля азота 0,0072 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$; массовая доля кислорода 0,0121 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$. Массовая доля азота от 0,0005 % до 0,2 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00016$ % до $\pm 0,008$ % при $P=0,95$; массовая доля кислорода от 0,0005 % до 0,2 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00020$ % до $\pm 0,012$ % при $P=0,95$. Массовая доля азота от 0,005 % до 0,05 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0006$ % до $\pm 0,0024$ % при $P=0,95$; массовая доля кислорода от 0,001 % до 0,01 %,	ГСО 11777-2021 (ИСО 1-1, ИСО 1-2) СО массовой доли водорода, кислорода и азота в материале на основе титана (ИСО 1) ГСО 9725-2010 СО состава стали углеродистой типа 10кп (7-9) ГСО 9724-2010 СО состава стали углеродистой типа СтЗпс (7-8) ГСО 10672-2015 СО массовой доли азота и кислорода в стали (ИСО 7-14) ГСО 9454-2009 СО стали легированной типа 40Х13 (7-7)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0003$ % до $\pm 0,0007$ % при $P=0,95$. Массовая доля азота от 0,0005 % до 0,8 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00016$ % до $\pm 0,03$ % при $P=0,95$. Массовая доля азота от 0,0005 % до 0,02 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0003$ % до $\pm 0,0016$ % при $P=0,95$; массовая доля кислорода от 0,0005 % до 0,002 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0003$ % до $\pm 0,0004$ % при $P=0,95$. Наибольший предел взвешивания 120 г, КТ I.	ГСО 10810-2016 СО массовой доли азота в стали (ИСО 7) ГСО 9110-2008 СО стали легированной типа ШХ15 (7-6) Весы неавтоматического действия НТ, модификация НТ124RCE, рег. № 75430-19

6.2 СО утвержденного типа должны иметь действующие паспорта, эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений – поверены.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений в соответствии с Приказами Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148, от 17.05.2021 г. № 761 или от 04.07.2022 № 1622.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ 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 устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

9.2 Анализатор готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.3 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

9.3.1 Работоспособность проверяют путем отображения наименования модификации в ПО анализатора на мониторе подключенного ПК.

9.3.2 Результаты опробования считают положительными, если при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения

10.1 Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполняют следующие операции:

1) проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) в меню анализатора;

2) сравнивают полученные данные с номером версии, установленным в описании типа анализатора.

10.2 Результаты проверки ПО считают положительными, если номер версии соответствует указанному в описании типа анализатора.

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений массовой доли элементов и проверка диапазона измерений

11.1.1 Навески стандартного образца, выбранного в соответствии с определяемыми элементами для данной модификации анализатора, помещают в графитовые тигли. Массу навески стандартного образца и массу присадочного материала (при необходимости его использования) определяют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора. Проводят не менее 5 измерений ($n \geq 5$) массовой доли i -го элемента не менее, чем в двух точках каждого проверяемого поддиапазона/диапазона измерений, указанного в паспорте. При отсутствии СО утвержденного типа с требуемым аттестованным значением возможно приготовление навесок СО с моделируемым значением в соответствии с Приложением А.

11.1.2 Фиксируют полученные значения массовой доли элементов для k -го стандартного образца.

11.1.3 Рассчитывают относительное СКО результатов измерений массовой доли S_{iko} , %, i -го элемента в k -ом стандартном образце по формуле

$$S_{iko} = \frac{100}{\bar{\omega}_{ik}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{jik} - \bar{\omega}_{ik})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где ω_{jik} - j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце, %;

$\bar{\omega}_{ik}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце, %, рассчитанное по формуле

$$\bar{\omega}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{jik}}{n}, \quad (2)$$

где n - количество измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце.

11.2 Определение относительного СКО выходного сигнала

11.2.1 Навески стандартного образца помещают в графитовые тигли. Массу навески стандартного образца, выбранного в соответствии с определяемыми элементами для данной модификации анализатора, и массу присадочного материала (при необходимости его использования) определяют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора. Проводят не менее 5 измерений ($n \geq 5$) выходного сигнала.

11.2.2 Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала S_{iku} , %, i -го элемента в

k -ом стандартном образце по формуле

$$S_{ikn} = \frac{100}{\bar{Y}_{ik}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{jik}/m_{bjk} - \bar{Y}_{ik})^2}{n_b - 1}}, \quad (3)$$

где Y_{jik} - j -ое значение выходного сигнала при измерении i -го элемента в k -ом стандартном образце, усл.ед;

$\bar{Y}_{ik}$ - среднее арифметическое значение выходных сигналов при измерении i -го элемента в k -ом стандартном образце, усл.ед, рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{jik}/m_{bjk}}{n_b}, \quad (4)$$

где n_b - количество измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом стандартном образце;

m_{bjk} - масса j -ой навески k -го СО, измеренная на весах, мг.

11.3 Определение чувствительности

Рассчитывают чувствительность $\bar{N}_{ik}$, усл.ед/г, по формуле

$$\bar{N}_{ik} = \frac{100 \cdot \sum_{j=1}^n Y_{jik}/m_{bjk}}{\omega_{атик} n_b}, \quad (5)$$

где $\omega_{атик}$ - аттестованное значение i -го элемента в k -ом стандартном образце, %.

11.4 Результаты считают положительными, если диапазон измерений, рассчитанные значения относительного СКО результатов измерений массовой доли, относительного СКО выходного сигнала и чувствительности соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляют протоколом произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

12.4 По заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

12.6 В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки при проведении поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

И.о. зав. лаб. 221 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.Е. Тюрнина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления навесок СО утвержденного типа

А.1 В ПО анализатора вручную установить значение массы навески.

А.2 Навеску необходимой массы СО утвержденного типа с известными значениями массовой доли подготовить путем отбора навески в предварительно взвешенный тигель с помощью весов I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 «ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

А.3 Рассчитать моделируемое значение ω' массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

$$\omega' = \omega_{ат} \cdot \frac{m_1}{m_2}, \quad (A.1)$$

где $\omega_{ат}$ – аттестованное значение массовой доли элемента в СО утвержденного типа, %;

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

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

А.4 Абсолютную погрешность моделируемого значения массовой доли элементов рассчитать по формуле

$$\Delta_{\omega'} = \sqrt{\left(\frac{m_1}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_{\omega_{ат}}^2 + \left(\frac{\omega_{ат}}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_s^2 + \left(\frac{\omega_{ат} \cdot m_1}{m_2^2}\right)^2 \cdot \Delta_v^2}, \quad (A.2)$$

где $\Delta_{\omega_{ат}}$ – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли элемента в СО утвержденного типа, %;

Δ_v – абсолютная погрешность весов, г.