

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

**СОГЛАСОВАНО**

Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы водорода АВ-1,  
модификации «АВ-1», «АВ-1-01», «АВ-1-02»**

**Методика поверки**

**МП-242-2479-2022**

Руководитель научно-исследовательского  
отдела государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Ведущий инженер  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург  
2022 г.

## 1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на анализаторы водорода АВ-1, модификации «АВ-1», «АВ-1-01», «АВ-1-02», изготавливаемые ООО «НПК Электронные и Пучковые Технологии», г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемых анализаторов к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ значений массовой доли водорода, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений, для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

## 2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Для поверки анализаторов водорода АВ-1, модификации «АВ-1», «АВ-1-01», «АВ-1-02», должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.4
Определение метрологических характеристик	да	да	9
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
- относительная влажность воздуха, % не более 85

## 4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1. Поверка анализаторов должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.3. При выполнении операций поверки допускается участие оператора, обслуживающего анализатор, который под контролем поверителя участвует в подготовке анализатора к поверке в соответствии с п. 8 и при выполнении измерений по п.п. 9.1.2 – 9.1.5 настоящей методики поверки.

## 5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.3 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температура окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +25 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне не более 85 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа	Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)
п. 8 Подготовка к поверке и опробование. п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава металлов (сплавов) с аттестованным содержанием водорода в диапазоне измерений массовой доли водорода от 0,028 до 46,0 млн <sup>-1</sup>	ГСО 11162-2018 (Н <sub>2</sub> -ПТ-0,057) состава алюминиевого сплава типа В95оч на содержание водорода, массовая доля водорода 0,057 млн <sup>-1</sup> , границы абсолютной погрешности (при коэффициенте охвата k=2) ±0,015 млн <sup>-1</sup> ГСО 11163-2018 (Н <sub>2</sub> -ПТ-0,082) состава алюминиевого сплава 1201 на содержание водорода, массовая доля водорода 0,082 млн <sup>-1</sup> , границы абсолютной погрешности (при коэффициенте охвата k=2) ±0,015 млн <sup>-1</sup> ГСО 11164-2018 (Н <sub>2</sub> -ПТ-0,109) состава алюминиевого сплава АМг6 на содержание водорода, массовая доля водорода 0,109 млн <sup>-1</sup> , границы абсолютной погрешности (при коэффициенте охвата k=2) ±0,015 млн <sup>-1</sup> ГСО 11165-2018 (Н <sub>2</sub> -ПТ-0,210) состава алюминиевого сплава типа 1420 на содержание водорода, массовая доля водорода 0,210 млн <sup>-1</sup> , границы абсолютной погрешности (при коэффициенте охвата k=2) ±0,020 млн <sup>-1</sup>
Допускается использовать при поверке другие средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

## **6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным в руководстве по эксплуатации анализаторов водорода АВ-1, модификации «АВ-1», «АВ-1-01», «АВ-1-02».

6.2. При проведении операций по поверке следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

## **7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

7.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида анализатора описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- соблюдение требований по защите анализатора от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ: наличие и целостность пломб в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей анализатор;
- отсутствие на наружных поверхностях анализатора повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей;
- отсутствие течей масла из вакуумных насосов;
- соответствие уровня масла в пластинчато-роторной насосе требованиям п. 2.2.1 руководства по эксплуатации.

7.2. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки они должны быть устранены до начала поверки.

## **8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

8.1. Подготовку анализатора к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации анализаторов. Анализатор должен быть настроен на пик водорода согласно п. 2.3.2 руководства по эксплуатации.

8.2. Подготовить для анализа выбранные стандартные образцы в соответствии со следующими документами: инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, п. 5.2 ГОСТ 21132.1-98, п. 2.4.1 руководства по эксплуатации анализаторов. Для проведения поверки должно быть подготовлено не менее 4-х экземпляров одного стандартного образца.

8.3. При подготовке к поверке проверить контроль условий поверки по пункту 3 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, атмосферное давление, относительная влажность воздуха).

8.4. При опробовании проверяют исправность работы анализатора в ручном и автоматическом режиме, правильное функционирование ПО СЦР-2.

Начальное положение органов управления должно соответствовать п. 2.2.5 РЭ. Индикация готовности прибора должна соответствовать перечню, указанному в п.2.3.1 РЭ.

Контроль исправности в ручном режиме осуществлять после проведения испытаний исправности работы в автоматическом режиме. С помощью органов управления системой вакуумной убедиться в срабатывании клапанов "Откачка кам. анализа", "Защита входа". Клапаны должны открываться и закрываться в ручном режиме управления.

Включить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации. Запустить программное обеспечение СЦР-2.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если анализатор исправно работает в ручном и автоматическом режиме, программное обеспечение СЦР-2 загружается без сбоев и функционирует в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1. Определение систематической составляющей относительной погрешности.

9.1.1. Определение содержания водорода проводят по методу вакуум-нагрева согласно ГОСТ 21132.1-98. Общее время между измерением первого и последнего образцов не должно превышать 8 часов.

9.1.2. Выполнить анализ первого из 4-х экземпляров стандартного образца согласно п.2.4.2 РЭ и определить коэффициент чувствительности  $k_1$ . Выполнить анализ второго из 4-х экземпляров стандартного образца согласно п.2.4.2 РЭ и определить коэффициент чувствительности  $k_2$ .

По результатам анализа первых двух экземпляров стандартного образца определить среднее значение коэффициента чувствительности по формуле:

$$k_{cp} = \frac{k_1 + k_2}{2} \quad (1)$$

Ввести вычисленное значение коэффициента чувствительности  $k_{cp}$  в систему цифровой регистрации согласно п.2.4.4 руководства по эксплуатации анализаторов.

9.1.3. В соответствии с п. 2.4.4 РЭ, используя вычисленное в п. 9.1.2 настоящей МП значение коэффициента чувствительности  $k_{cp}$  и используя результаты измерений первых двух экземпляров выбранного для проведения поверки стандартного образца, выполненные в п. 9.1.2 МП, вычислить содержание водорода в первых двух экземплярах выбранного для проведения поверки стандартного образца  $C_1, C_2$ .

9.1.4. Расхождение полученных значений  $C_1$  и  $C_2$  содержания водорода в первой паре образцов должно соответствовать допускаемым расхождениям результатов параллельных определений по ГОСТ 21132.1-98. В случае, если это не так, необходимо повторить вышеописанную в п. 9.1.2 процедуру определения среднего значения коэффициента чувствительности  $k_{cp}$  по другим двум экземплярам выбранного для проведения поверки стандартного образца.

9.1.5. Провести анализ содержания водорода в 3-ем и 4-ом экземплярах выбранного для проведения поверки стандартного образца, введенный коэффициент чувствительности  $k_{cp}$  должен соответствовать требованиям п.п. 9.1.2 и 9.1.3 настоящей МП. Определить измеренные содержания водорода в 3-ем и 4-ом экземплярах выбранного для проведения поверки стандартного образца  $C_3, C_4$  согласно п. 2.4 РЭ.

9.1.6. Вычислить среднее арифметическое содержание водорода в 3-ем и 4-ом экземплярах выбранного для проведения поверки стандартного образца  $C_{2cp}$  по формуле:

$$C_{2cp} = \frac{1}{2}(C_3 + C_4), \quad (2)$$

### 9.2. Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности.

9.2.1. Используя вычисленные в п.п. 9.1.3 и 9.1.5 значения содержания водорода в четырех экземплярах выбранного для проведения поверки стандартного образца  $C_i, i=1, 2, 3, 4$ , вычислить среднеквадратичное отклонение содержания водорода по формуле:

$$S_C = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^4 (C_i - C_{cp})^2}, \quad (3)$$

где среднее арифметическое содержание водорода  $C_{cp}$ , вычисляется по формуле:

$$C_{cp} = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^4 C_i \quad (4)$$

9.2.2. Вычислить относительное среднеквадратичное отклонение по формуле

$$\delta_s = \frac{S_C}{C_{cp}} \times 100\% \quad (5)$$

## 10. ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1. Результаты поверки считаются положительными, если вычисленное в п. 9.1.6 среднее арифметическое значение содержаний водорода  $C_{2cp}$  отличается от указанного в паспорте значения содержания водорода в стандартном образце  $C_{CO}$  не более, чем на величину:

$$\Delta_{исп} = \sqrt{(0,05 \times C_{CO})^2 + \Delta_{CO}^2}, \quad (6)$$

где  $C_{CO}$  - указанное в паспорте значение содержания водорода в выбранном для проведения поверки стандартном образце,

$\Delta_{CO}$  - значение абсолютной погрешности выбранного для проведения поверки стандартного образца, указанное в паспорте на стандартный образец (соответствует допускаемым значениям расширенной неопределенности при коэффициенте охвата  $k=2$ ).

10.2. Результаты поверки считаются положительными, если вычисленное в п. 9.2.2 относительное среднеквадратичное отклонение удовлетворяет неравенству:

$$\delta_s \leq \left[ \sqrt{0,03^2 + \left( \frac{\Delta_{CO}}{C_{CO}} \right)^2} \right] \times 100\% \quad (7)$$

где  $C_{CO}$  - указанное в паспорте значение содержания водорода в выбранном для проведения поверки стандартном образце,

$\Delta_{CO}$  - значение абсолютной погрешности выбранного для проведения поверки стандартного образца, указанное в паспорте на стандартный образец (соответствует допускаемым значениям расширенной неопределенности при коэффициенте охвата  $k=2$ ).

## 11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

11.2. Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации.

11.3. При положительных результатах поверки по заявлению заказчика оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие анализатора обязательным требованиям к средствам измерений в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации, к которому прилагают протокол поверки. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в случае его оформления и (или) в паспорт

11.4. При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают, по заявлению заказчика выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.