

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

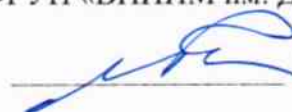


Н.И. Ханов

«22» декабря 2014 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы ПЭМ-4М
Методика поверки
МП-242-1839-2014

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

 Д.А. Конопелько

«22» декабря 2014 г.

 Разработал
Инженер
А.Л. Матвеев

Санкт-Петербург
2014 г.

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы ПЭМ-4М (далее - газоанализаторы), выпускаемые ЗАО «Проманалитприбор», г. Бердск и устанавливает методику их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта, периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - один год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик	6.4		
- определение основной погрешности по измерительным каналам объемной доли определяемого компонента	6.4.1	Да	Да
- определение погрешности по измерительным каналам температуры (для исполнения ПЭМ-4МС)	6.4.2	Да	Да
- определение вариации показаний	6.4.3	Да	Нет
- определение времени установления показаний газоанализатора	6.4.4	Да	Да

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

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6	Барометр-анероид контрольный М-67, ТУ 2504-1797-75, диапазон измерения атмосферного давления от 610 до 790 мм рт. ст, погрешность $\pm 0,8$ мм рт. ст.
	Психрометр аспирационный М-34-М, ГРПИ 405132.001 -92 ТУ, диапазон измерения относительной влажности от 10 до 100 %
	Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °С, цена деления 0,1 °С
	Секундомер механический СОПр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2
	Вольтметр цифровой универсальный В7-65, ТУ РБ 14559587.038, диапазон измерения силы постоянного тока до 2 А; силы переменного тока до 2 А; сопротивления постоянному току 2 ГОм; постоянного напряжения до 1000 В; переменного напряжения до 700 В
6.4	Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4
	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм
	Ротаметр РМ-А-0,063 Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерения объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6.4	Стандартные образцы состава газовые смеси (ГС) по ТУ 6-16-2956-92 в баллонах под давлением (характеристики приведены в Приложении А)
	Эталонные 2-го разряда ртутные стеклянные термометры с погрешностью по ГОСТ 8.558-2009 в диапазоне температуры от 0 до 300 °С
	Эталонные 1, 2 и 3-го разрядов платинородий-платиновые ТП типа ППО с погрешностью по ГОСТ 8.558-2009 в диапазоне температуры от 300 до 1200 °С
	Горизонтальная трубчатая печь сопротивления, с рабочим пространством длиной 500-600 мм, диаметром 40-50 мм и максимальной рабочей температурой не менее 1200 °С. Градиент температуры по оси печи (в ее средней части) при 1000 °С не должен превышать 0,8 °С/см на участке длиной не менее 50 мм
	Трубка медицинская из ПВХ, диаметр условного прохода не менее 5 мм, толщина стенки не менее 1 мм
	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм
	Тройник
Примечания: 1) Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы состава газовые смеси в баллонах под давлением - паспорта. 2) Допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.	

3 Требования безопасности

3.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.3 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.4 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением должны соответствовать "Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" (ПБ 03-576-03), утвержденным постановлением № 91 Госгортехнадзора России от 11.06.2003 г.

3.5 К поверке допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации газоанализатора, эксплуатационную документацию на эталонные средства измерений и прошедшие необходимый инструктаж.

3.6 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5
- диапазон относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	$101,3 \pm 4,0$
мм рт.ст.	760 ± 30

5 Подготовка к поверке

5.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

5.2 Проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением.

5.3 Баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч.

5.4 Выдержать газоанализатор и эталонные средства при температуре поверки в течение не менее 24 ч.

5.5 Подготовить газоанализатор к работе в соответствии руководством по эксплуатации ПГРА 41.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4М2 или ПГРА 241.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4МС.

5.6 Подготовить эталонные и вспомогательные средства к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям раздела 1.4 руководства по эксплуатации ПГРА 41.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4М2 или раздела 3 руководства по эксплуатации ПГРА 241.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4МС;

- соответствие маркировки требованиям раздела 1.7 руководства по эксплуатации ПГРА 41.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4М2 или раздела 10 руководства по эксплуатации ПГРА 241.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4МС.

6.1.2 Газоанализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проводится проверка функционирования газоанализатора в соответствии с разделом «Порядок подготовки газоанализатора к работе» руководства по эксплуатации ПГРА 41.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4М2 или разделом «Подготовка и порядок работы ПЭМ-4МС» ПГРА 241.00.00 РЭ для исполнения ПЭМ-4МС.

6.2.2 Результаты опробования считают положительными если:

- после подачи электрического питания на газоанализатор и окончании времени прогрева отсутствуют сообщения об ошибках;

- на аналоговом выходе газоанализатора имеется унифицированный токовый сигнал, в диапазоне 0 – 20 мА (только для газоанализаторов исполнения ПЭМ-4МС);

- на цифровом выходе анализатора имеется цифровой сигнал (только для газоанализаторов исполнения ПЭМ-4МС).

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят путем проверки соответствия ПО газоанализатора тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

6.3.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО газоанализатора. Номер версии программного обеспечения выводится на дисплей при включении питания газоанализатора.

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в Описании типа газоанализатора (приложение к Свидетельству об утверждении типа).

6.3.3 Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номера версий не ниже указанного в Описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение основной погрешности по измерительным каналам объемной доли определяемого компонента

Определение основной погрешности по измерительным каналам объемной доли определяемого компонента проводить по схеме, приведенной на рисунке Б.1 Приложении Б. Подачу ГС (таблица А.1 Приложения А) проводить в следующей последовательности:

- а) при первичной поверке

- №№ 1-2-3-4-3-2-1-4 (при поверке измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 4 точки поверки),

- №№ 1-2-3-2-1-3 (при поверке измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 3 точки поверки);
 б) при периодической поверке
 - №№ 1-2-3-4 (при поверке измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 4 точки поверки),
 - №№ 1-2-3 (при поверке измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 3 точки поверки);
 в следующем порядке:

- 1) собрать газовую схему, представленную в Приложении Б;
- 2) подать на газоанализатор ГС № 1.

Примечание – ГС подавать через тройник, при этом расход ГС установить таким образом, чтобы показания ротаметра 6 были в диапазоне от 50 до 150 см³·мин⁻¹;

- 3) зафиксировать установившиеся значения показаний газоанализатора:
 - по измерительному прибору, подключенному к аналоговому выходу газоанализатора (для газоанализаторов исполнения ПЭМ-4МС);
 - по цифровому дисплею газоанализатора;
- 4) повторить операции по пп. 2) – 3) для всех ГС (Приложение А таблица А.1).

Для газоанализаторов исполнения ПЭМ-4МС по показаниям вторичного прибора, подключенного к аналоговому выходу газоанализатора, рассчитывают объемную долю определяемого компонента на входе газоанализатора по формуле

$$C_i = \frac{C_a \cdot I_i}{20}, \quad (1)$$

где C_i - результат измерений содержания определяемого компонента в i -ой точке поверки, объемная доля определяемого компонента, млн⁻¹ (%);
 C_a - значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхней границе диапазона показаний, объемная доля определяемого компонента, млн⁻¹ (%);
 I_i - значение токового выходного сигнала при подаче i -ой ГС, мА.

Значение основной абсолютной погрешности газоанализатора в i -ой точке поверки Δ_i , млн⁻¹ (%), для диапазонов измерений, в которых нормированы пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, находят по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_i^o, \quad (2)$$

где C_i^o - действительное значение объемной доли определяемого компонента, указанное в паспорте i -й ГС, млн⁻¹ (%).

Значение основной относительной погрешности газоанализатора в i -ой точке поверки δ_i , %, для диапазонов измерений, в которых нормированы пределы допускаемой основной относительной погрешности, находят по формуле

$$\delta_i = \frac{C_i - C_i^o}{C_i^o} \cdot 100. \quad (3)$$

Результат считают положительным, если:

- основная погрешность газоанализатора во всех точках поверки не превышает значений, указанных в таблице В.1 Приложения В;
- показания цифрового дисплея газоанализатора и показания, полученные по аналоговому выходу (при наличии аналогового выхода) различаются между собой не более чем на 0,2 в долях от пределов допускаемой основной погрешности.

6.4.2 Определение погрешности по измерительным каналам температуры (для исполнения ПЭМ-4МС)

Определение погрешности газоанализатора по измерительным каналам температуры проводится для газоанализаторов исполнения для исполнения ПЭМ-4МС в соответствии с ГОСТ 8.338-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Преобразователи термоэлектрические. Методика поверки.

Результат считают положительным, если значение абсолютной погрешности газоанализатора в каждой точке поверки не превышает значений, указанных в таблице В.1 Приложения В.

6.4.3 Определение вариации показаний

Определение вариации показаний газоанализатора допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 6.4.1 при подаче ГС №2 (при поверке измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 3 точки поверки) или ГС №3 (при поверке измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 4 точки поверки).

Значение вариации показаний газоанализатора ν_{Δ} , в долях от пределов допускаемой основной абсолютной погрешности, находят по формуле

$$\nu_{\Delta} = \frac{C_2^b - C_2^M}{\Delta_0} \quad (4)$$

где C_2^b, C_2^M - результат измерения содержания определяемого компонента при подаче ГС №2, при подходе к точке поверки со стороны больших и меньших значений, объемная доля определяемого компонента, млн⁻¹;

Δ_0 - пределы допускаемой основной абсолютной погрешности газоанализатора, объемная доля определяемого компонента, млн⁻¹.

Значение вариации показаний газоанализатора ν_{δ} , в долях от пределов допускаемой основной относительной погрешности, находят по формуле

$$\nu_{\delta} = \frac{C_3^b - C_3^M}{C_3^b \cdot \delta_0} \cdot 100, \quad (5)$$

где C_3^b, C_3^M - результат измерения содержания определяемого компонента при подаче ГС №3, при подходе к точке поверки со стороны больших и меньших значений, объемная доля определяемого компонента, млн⁻¹ (%);

δ_0 - пределы допускаемой основной относительной погрешности газоанализатора, %.

Результат считают положительным, если вариация не превышает 0,2.

6.4.4 Определение времени установления показаний газоанализатора

Допускается проводить определение времени установления показаний одновременно с определением основной погрешности по п. 6.4.1 в следующем порядке:

1) на вход газоанализатора (соответственно определяемому компоненту и диапазону измерений) подают ГС №3 (для измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 3 точки поверки) или ГС № 4 (для измерительных каналов для которых в таблице А.1 Приложения А указаны 4 точки поверки), фиксируют установившиеся показания газоанализатора;

2) вычисляют значение, равное 0,9 установившихся показаний;

3) подают на вход газоанализатора ГС № 1, ожидают установления показаний газоанализатора;

4) подают на вход газоанализатора ГС № 3 или ГС № 4 (предварительно продув ею газовую линию в течение не менее 3 мин при суммарной длине линии не более 2 м), включают секундомер и фиксируют время достижения значения, рассчитанного в п. 2).

Результат считают положительным, если время установления показаний не превышает 120 с.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки (форма протокола поверки приведена в Приложении Г).

7.2 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в технической документации (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке (при периодической поверке) согласно ПР 50.2.006-94. На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают:

- перечень эталонов, с помощью которых произведена поверка газоанализатора;
- перечень влияющих факторов с указанием их значений;
- метрологические характеристики газоанализатора;
- указание на наличие Приложения — протокола поверки (при его наличии);
- дату поверки;
- наименование подразделения, выполнявшего поверку.

Свидетельство о поверке должно быть подписано:

На лицевой стороне:

- руководителем подразделения, производившего поверку;
- поверителем, производившим поверку;

На оборотной стороне:

- руководителем подразделения, производившего поверку (не обязательно),
- поверителем, производившим поверку.

7.3 При отрицательных результатах газоанализаторы не допускают к применению. В технической документации анализатора делают отметку о непригодности, выдают извещение установленной формы согласно ПР 50.2.006-94 и аннулируют свидетельство о поверке.

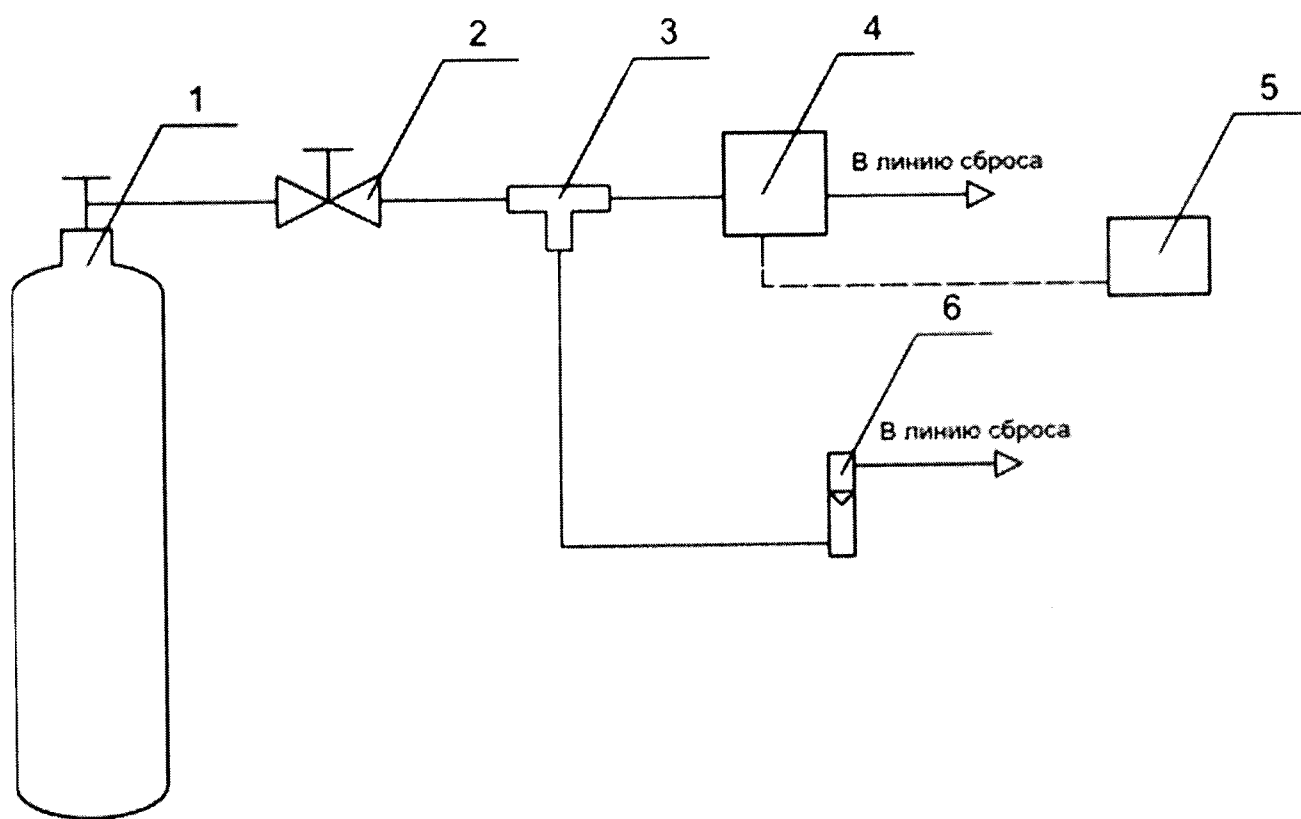
Приложение А
(обязательное)
Перечень газовых смесей, используемых при поверке

Таблица А.1 – Технические характеристики ГС, используемых для поверки газоанализаторов ПЭМ-4М

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, %	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения				Пределы допускаемой погрешности	Номер ГС по рецепту ГСО или источник ГС
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3	ГС № 4		
кислород (O ₂)	От 0 до 21	азот				-	О.ч., сорт 2-й по ГОСТ 9293-74
			4,75 % об.д. ± 5 % % отн.	10 % об.д. ± 5 % отн.	20 % об.д. ± 5 % % отн.	± (-0,046X+1,523) % отн.	ГСО 10253-2013
оксид углерода (CO)	От 0 до 4000 млн. ⁻¹	азот				-	О.ч., сорт 2-й по ГОСТ 9293-74
			(190 ± 10) млн. ⁻¹ .			± 2 % отн.	ГСО 9744-2011
				(0,19 ± 0,01) % об.д.		± 2 % отн.	ГСО 9745-2011
					0,36 % об.д. ± 10 % отн.	± (-2,5X+2,75) % отн.	ГСО 10240-2013
диоксид серы (SO ₂)	От 0 до 2000 млн. ⁻¹	ПНГ - воздух				-	Марка Б по ТУ 6-21-5-82
			(190 ± 10) млн. ⁻¹ .			± 3 % отн.	ГСО 9810-2011
				0,1 % об.д. ± 20 % % отн.		± (-15,15X+4,015) % отн.	ГСО 10342-2013
					0,18 % об.д. ± 10 % отн.	± (-2,5X+2,75) % отн.	ГСО 10342-2013

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, %	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения				Пределы допускаемой погрешности	Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3	ГС № 4		
оксид азота (NO)	От 0 до 1000 млн ⁻¹	азот				-	О.ч., сорт 2-й по ГОСТ 9293-74
			0,0165 % об.д. ± 20 % отн.	0,05 % об.д. ± 20 % отн.	0,083 % об.д. ± 20 % отн.	± (-15,15X+4,015) % отн.	ГС 10323-2013
диоксид азота (NO ₂)	От 0 до 100 млн ⁻¹	ПНГ - воздух				-	Марка Б по ТУ 6-21-5-82
			0,005 % об.д. ± 20 % отн.	0,0083 % об.д. ± 20 % отн.	± -	± (-15,15X+4,015) % отн.	ГС 10331-2013
Примечания: - изготовители и поставщики ГС - предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011; - "X" в формуле расчета пределов допускаемой относительной погрешности – значение объемной доли определяемого компонента, указанное в паспорте ГС; - поверочный нулевой газ (ПНГ) – воздух марки Б в баллонах под давлением, выпускаемый по ТУ 6-21-5-82.							

Приложение Б
(обязательное)
Схема подачи ГС на газоанализатор



1 – баллон с ГС, ПНГ - воздухом или азотом;
2 – вентиль тонкой регулировки;
3 – тройник;

4 – газоанализатор;
5 – вольтметр цифровой;
6 – ротаметр.

Рисунок Б.1 - Схема подачи ГС на газоанализатор из баллонов под давлением

Приложение В
(обязательное)

Метрологические характеристики газоанализатора

Таблица В.1 - Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализаторов приведены

Определяемый компонент / параметр	Диапазон измерений	Пределы основной допускаемой погрешности		Цена деления наименьшего разряда
		Абсолютной	Относительной	
O ₂	от 0 до 5 % об.д. свыше 5 до 21% об.д.	±0,12 % об.д. —	— ±2,5%	0,01 % об.д.
CO	от 0 до 200 млн ⁻¹ свыше 200 до 4000 млн ⁻¹	±8 млн ⁻¹ —	— ± 4 %	1 млн ⁻¹
SO ₂	от 0 до 200 млн ⁻¹ свыше 200 до 2000 млн ⁻¹	±12 млн ⁻¹ —	— ±6%	1 млн ⁻¹
NO	от 0 до 200 млн ⁻¹ свыше 200 до 1000 млн ⁻¹	±16 млн ⁻¹ —	— ±8%	
NO ₂	от 0 до 100 млн ⁻¹	± 10 млн ⁻¹	—	
Температура*	от 0 до 40°С свыше 40 до 600°С свыше 600 до 800°С	±2 °С — не нормированы	— ± 5 % не нормированы	1 °С
Примечание * газоанализатор исполнения ПЭМ4-М2 имеет один индикаторный канал температуры с диапазоном показаний от 0 до 800° С.				

Приложение Г
(обязательное)
Форма протокола поверки
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ _____

Зав. № _____

Принадлежит _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: _____ °C;

температура окружающего воздуха _____ %;

относительная влажность окружающего воздуха _____ кПа.

атмосферное давление _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования _____

3 Результаты определения метрологических характеристик:

Состав ГС	Номинальное значение содержания определя- емого компонента	Показания поверяемого СИ		Погрешность	Пределы допуска- емой основной по- грешности
		Дисплей	Токовый выход		

Показания эталонного термометра	Показания поверяемого СИ		Погрешность	Пределы допускаемой основной погрешности
	Дисплей	Токовый выход		

Вариация показаний _____

Время установления показаний, с _____

4 Заключение о годности _____

Поверитель _____