

**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

15 » марта 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы паров воды ГОС-18

Методика поверки

МП-242-2469-2022

Руководитель научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений

_____ А.В. Колобова

Руководитель сектора

_____ А.В. Мальгинов

Санкт-Петербург
2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов паров воды ГОС-18 (далее – анализаторы), используемых в качестве средств измерений и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1

Таблица 1.

Диапазоны измерений объемной доли воды, %	Пределы допускаемой основной погрешности		Пределы допускаемой погрешности в условиях эксплуатации	
	абсолютной, %	относительной, %	абсолютной, %	относительной, %
от 0 до 5 включ.	$\pm 0,5$	-	$\pm 0,75$	-
св. 5 до 40	-	± 10	-	± 15

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы объемной доли в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, подтверждающая прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатной средах ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – непосредственное сличение поверяемого анализатора с эталоном той же единицы величины или с результатами измерений, полученными с помощью аттестованной методики измерений (МИ).

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции поверки	Обязательность проведения операций		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
		при первичной поверке	при периодической поверке	
1	Внешний осмотр	да	да	7
2	Опробование	да	да	8
2.1	Проверка общего функционирования	да	да	8.2.1
2.2	Проверка герметичности блока измерительного	да	нет	8.2.2
2.3	Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
3	Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	10
3.1	Проверка диапазона измерений и определение основной погрешности	да	нет	10.1.1

№	Наименование операции поверки	Обязательность проведения операций		Номер раздела (пункта)
	измерений			
3.2	Определение погрешности на реальной среде в условиях эксплуатации	нет	да	10.2.1
4	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

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

2.3 Место и условия проведения поверки приведены в таблице А.1 (Приложение А).

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С, в соответствии с таблицей А.1 (Приложение А);
- атмосферное давление от 90,6 до 104,8;
- относительная влажность воздуха до 80 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с анализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, эксплуатационной документацией на анализаторы, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 Метрологические и технические требования к средствам поверки приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8, п. 10	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 5 до 30 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С ; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 % с абсолютной погрешностью не более $\pm 2,0$ %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 105 кПа с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ кПа.	Прибор комбинированный Testo-622, (рег. № 53505-13)
п. 8 п. 10	Технически чистые газы и ПНГ: азот высокой чистоты (особой чистоты по ГОСТ 9293-74 или ТУ 2114-004-05798345-2009, ТУ 6-21-39-96), воздух (по ТУ 6-21-5-82);	Азот газообразный особой чистоты сорт 1-й по ГОСТ 9293-74.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Регулятор давления, входное давление до 15 МПа, диапазон регулирования выходного давления от 0,1 до 0,3 МПа; Средство измерений избыточного давления в диапазоне от 0 до 0,16 МПа, класс точности от 0,1 до 0,4; Трубка фторопластовая, внутренний диаметр 4 мм, толщина стенки 1 мм Вентиль точной регулировки, диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм Крестовина (фторопласт, стекло, нержавеющая сталь) для подключения трубок фторопластовых с внутренним диаметром 4 мм и толщиной стенки 1 мм	Редуктор баллонный газовый одноступенчатый БКО-50-4 соответствует ГОСТ 13861. Манометр деформационный образцовый с условной шкалой типа МО, кл. 0,4, верхний предел измерений 0,1 МПа (рег. № 5768-67). Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, 6×1 мм Вентиль точной регулировки ВТР-1 Крестовина из нержавеющей стали с компрессионными фитингами под трубку с наружным диаметром 6 мм.
п.10.1	Генератор газовых смесей, диапазон воспроизведения объемной доли воды от 1 до 40 %, объемный расход смеси на выходе от 1,5 до 3,0 дм ³ /мин	Генератор газовых смесей NovaCAL digital 211-MF (рег. № 79376-20)
п.10.1 п.10.2	Анализатор объемной доли воды в газовой смеси, диапазон измерений объемной доли от 1 до 40 %, пределы допускаемой относительной погрешности от 10 до 5 %	Комплекс переносной газо-аналитический КПП (рег.№ 82390-21)
п.10.1	Вода дистиллированная	Вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018
п. 10.2	Средства измерений и вспомогательные устройства в соответствии с МИ «М-МВИ-277-18. Методика измерений массовой концентрации паров воды в промышленных выбросах, отходящих от стационарных источников загрязнения, гравиметрическим методом», регистрационный номер ФР.1.31.2018.30255	Средства измерений и вспомогательные устройства в соответствии с МИ «М-МВИ-277-18»

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, поверенные средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 При монтаже и работе с приборами должны соблюдаться требования «Правил технической эксплуатации электроустановок» и «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные органами Госэнергонадзора

6.3 При работе с газами в баллонах под давлением должны соблюдаться требования Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденных приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 года N 536.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре анализатора, в т.ч. зонда и линии обогреваемой, должно быть установлено отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность.

7.2 Комплектность и маркировка, в том числе знак утверждения типа, должны соответствовать указанным в описании типа на анализатор.

7.3 Для анализатора должны быть установлены:

- исправность органов управления;
- четкость всех надписей;
- наличие пломбы в месте, указанном в описании типа;
- четкость и контрастность дисплея.

7.4 Анализатор считается выдержавшей внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Провести контроль условий проведения поверки согласно п.3 настоящей методики поверки.

8.1.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с требованиями его эксплуатационной документации.

8.1.2 Подготовить к работе средства поверки, указанные в таблице 3, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.1.3 Проверить наличие паспортов и сроки годности баллона с воздухом или азотом.

8.1.4 Баллоны с газами выдерживать в помещении, в котором проводят поверку, в течение не менее 24 ч.

8.1.5 Включить приточно-вытяжную вентиляцию.

8.1.6 При проведении поверки с использованием генератора газовых смесей NovaCAL digital 211-MF и комплекса переносного газоаналитического КПП собрать газовую схему в соответствии с рис. 1. Баллон с воздухом подключить к входу канала 1 генератора. Выход генератора через крестовину соединить с входом комплекса КПП (через линию обогреваемую, входящую в комплект комплекса КПП), с входом измерительного блока анализатора ГОС-18 (через поверочное приспособление) и с ротаметром 5. Расход газовой смеси с выхода генератора дол-

жен быть на 10-20 % выше расхода, совместно потребляемого комплексом КПП и анализатором ГОС-18.

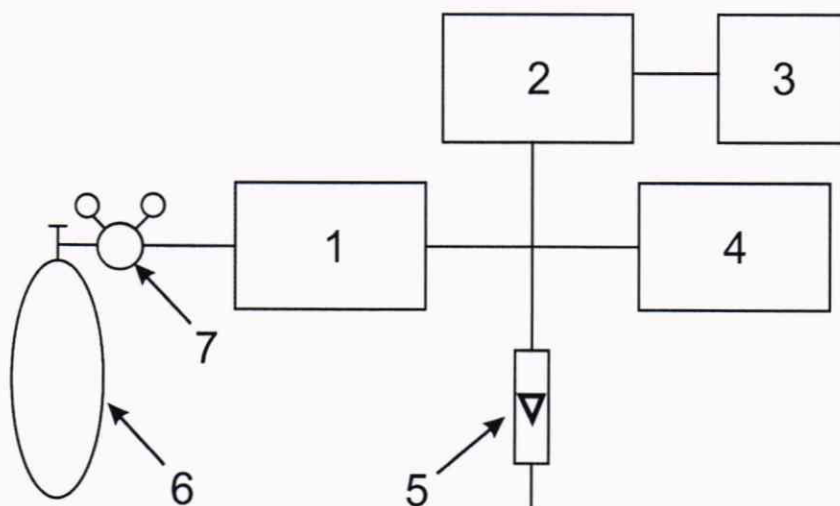


Рис. 1 Газовая схема для проверки диапазонов измерений и определения основной погрешности измерений

- 1 – генератор газовых смесей NovaCAL digital 211-MF
- 2 – обогреваемая линия комплекса переносного газоаналитического КПП
- 3 – комплекс переносной газоаналитический КПП
- 4 – анализатор ГОС-18
- 5 – ротаметр
- 6 – баллон с газом-разбавителем (воздух или азот)
- 7 – редуктор газовый

8.1.7 При проведении поверки на реальной среде с использованием пробы газовых выбросов (на объекте) провести одну из следующих операций:

а) произвести отбор в соответствии с МИ «М-МВИ-277-18» и в аккредитованной лаборатории измерить содержание воды. Место отбора проб в соответствии с МИ в газоходе выбирают как можно ближе к вводу в газоход зонда анализатора ГОС-18.

Примечание:

Допускается применение других стандартизованных методов, оформленных в виде ГОСТ или аттестованных МИ и обеспечивающих измерение с точностью, не хуже указанной в МИ «М-МВИ-277-18».

б) установить комплекс переносной газоаналитический КПП (далее – КПП) в условиях размещения поверяемого анализатора; зонд КПП установить в технологическое отверстие газохода рядом с зондом поверяемого анализатора, подключить к зонду обогреваемую линию из состава КПП и провести их нагрев до температуры 180 °С в соответствии с РЭ на КПП. Продуть зонд и обогреваемую линию КПП после их нагрева 10-ти кратным объемом анализируемого газа, после чего провести измерения.

8.2 Опробование анализатора заключается в проверке общего функционирования и проверке герметичности блока измерительного.

8.2.1 Проверку общего функционирования провести в следующем порядке:

- 1) включить электрическое питание анализатора;
- 2) выдержать анализатор во включенном состоянии в течение времени прогрева;
- 3) зафиксировать показания дисплея анализатора.

Результат опробования считают положительным, если отсутствует сообщения об ошибках, на дисплей анализатора выводится измерительная информация.

8.2.2 Проверка герметичности блока измерительного.

С помощью технологической заглушки загерметизировать фланцевый вход блока.

Подсоединить к входному штуцеру блока трубку от баллона с азотом с подключенным вентилем ВТР-4, к выходному штуцеру блока подключить манометр МО.

Открыть баллон с азотом и с помощью вентиля ВТР-4 создать в блоке избыточное давление (50 ± 10) кПа $(0,50 \pm 0,10$ кгс/см²). После установления давления закрыть вентиль ВТР-4, зафиксировать показания манометра.

Через 10 мин повторно зафиксировать показания манометра. Результаты считаются положительными, если спад давления не превышает 10 кПа $(0,10$ кгс/см²).

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверка программного обеспечения заключается в определении идентификационных данных (наименования и номера версии) встроенного ПО.

Определение провести визуально путем считывания идентификационных данных с дисплея. Данные выводятся при подаче электрического питания на анализатор в главном меню на дисплее контроллера.

9.2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считают положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений» (приложение к свидетельству об утверждении типа).

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение метрологических характеристик при проведении первичной поверки

10.1.1 Проверка диапазона измерений и определение основной погрешности измерений

Определение основной погрешности провести при подаче увлажненного нагретого воздуха (или азота) с заданным значением объемной доли воды, полученного при помощи генератора NovaCAL digital 211-MF, на вход анализатора и комплекса КПП в последовательности 1-2-3-2-1 -3 (таблица Б.1 Приложения Б) и считать показаний с дисплея анализатора и комплекса КПП.

Абсолютную погрешность (Δ , %) рассчитать по формуле

$$\Delta = X_i - X_d \quad (1)$$

где

X_i – показания анализатора при подаче ГС, % об.;

X_d – действительное значение объемной доли воды, измеренное комплексом КПП, % об.

Относительную погрешность (δ , %) вычислить по формуле:

$$\delta = \frac{X_i - X_d}{X_d} \cdot 100 \quad (2)$$

Результаты проверки считают положительными, если полученные значения погрешности не превышают значений, указанных в таблице В.1 приложения В.

10.2 Определение метрологических характеристик при проведении периодической поверки

10.2.1 Определение погрешности на реальной среде в условиях эксплуатации

Определение погрешности в условиях эксплуатации проводится на объекте с использованием реальной среды (пробы газовых выбросов), в которой объемную долю паров воды измеряют в соответствии с МИ «М-МВИ-277-18» либо с использованием комплекса КПП. Число измерений - в соответствии с МИ или в течение 20 мин каждые 5 мин для КПП.

Значения погрешности рассчитать по формулам (1) и (2), где C_0 – результат измерений объемной доли, %, полученный по МИ в аккредитованной лаборатории, или среднее значение объемной доли, полученное по результатам измерений комплексом КПП.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения погрешности не превышают значений, приведенных в таблице В.2 приложения В.

Примечание:

1. Допускается применение других СИ или стандартизованных методов, оформленных в виде ГОСТ или аттестованных МИ и обеспечивающих измерение с требуемой точностью.

2. Пересчет значений массовой концентрации воды C , мг/м³ (при 20 °С и 101,3 кПа) в объемную долю X , %, проводится с использованием коэффициент, равного $1,34 \cdot 10^{-4}$.

3. Допускается определять метрологические характеристики при проведении периодической поверки в соответствии с п. 10.1.1.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Результаты определения основной погрешности считают положительными, если основная погрешность не превышает значений, приведенных в таблице В.1 Приложения В.

11.3 Результаты определения погрешности в условиях эксплуатации считают положительным, если погрешность не превышает пределов допускаемой погрешности, приведенных в таблице В.2 Приложения В.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Г.

12.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора выдают свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

12.4 Нанесение знака поверки на средство измерений не предусмотрено. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке или в паспорт.

Таблица А.1 – Условия проведения поверки

Условия	Место проведения поверки	Температура окружающей среды, °С
Поверка с использованием генератора NovaCAL и комплекса КПП	В лабораторных условиях	от +15 до +25
Периодическая поверка с использованием реальной среды, без демонтажа	На объекте	от +5 до +30

Таблица Б.1 - Технические характеристики газовых смесей, используемых для поверки анализаторов

Таблица Б.1- Перечень и метрологические характеристики газовых смесей, используемых при поверке анализатора

Определяемый целевой компонент	Диапазон измерений объемной доли (%)	Номинальное значение массовой концентрации определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, %			Источник получения ГС (Номер ГСО)
		ГС №1	ГС №2	ГС №3	
H ₂ O	от 0 до 5 включ.	0,0	-	-	ТУ 6-21-5-82 ГОСТ 9293—74
	св. 5 до 40	-	15±1	35±1	генератор газовых смесей NovaCAL digital 211-MF; комплекс переносной газоаналитический КПП; МИ «М-МВИ-277-18»

¹⁾ Допускается использование других источников получения ГС, не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий:

- номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС в таблице;
- точностные характеристики должны быть не хуже, чем у приведенных в таблице.

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

определяе- мый компо- нент	Диапазоны показаний объемной доли, %	Диапазоны измерений объемной доли, %	Пределы допускаемой ос- новной погрешности	
			абсолютной, %	относи- тельной, δ , %
Вода (H ₂ O)	от 0 до 40	от 0 до 5 включ.	$\pm 0,5$	-
		св. 5 до 40	-	± 10

Таблица В.2 – Диапазоны измерений и пределы допускаемой погрешности анализатора в услови-
ях эксплуатации при контроле выбросов в соответствии с Постановлением Правительства Россий-
ской Федерации № 1847 от 16.11.2020 г. п. 3.1.3

определяе- мый компо- нент	Диапазоны показаний объемной доли, %	Диапазоны измерений объемной доли, %	Пределы допускаемой по- грешности в условиях экс- плуатации	
			абсолютной, %	относи- тельной, δ , %
Вода (H ₂ O)	от 0 до 40	от 0 до 5 включ.	$\pm 0,75$	-
		св. 5 до 40	-	± 15

атмосферное давление кПа

Примечание: В зависимости от способа осуществления поверки заполняется либо п. 3.1, либо п. 3.2

Заключение: _____

Поверитель: _____

Дата поверки: _____