

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

М.п. « 23 » марта 2022 г.

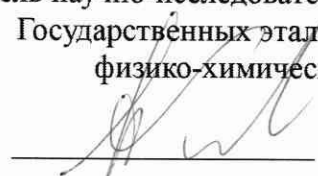
Государственная система обеспечения единства измерений.

Газоанализатор – рабочий эталон первого разряда PG-350 P-AMS

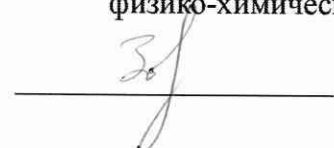
Методика поверки

МП-242-2502-2022

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

 А.В. Колобова

Инженер 2-ой категории научно-исследовательского
отдела Государственных эталонов в области
физико-химических измерений

 К.А. Заречнов

Санкт-Петербург

2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки применяется для поверки газоанализатора – рабочего эталона первого разряда PG-350 P-AMS (далее – газоанализатор), используемого в качестве рабочего эталона 1-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315, и обеспечивает прослеживаемость к ГПЭ единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 путем компарирования с Государственным вторичным эталоном единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице 2.1.ZZB.0267.2018.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики газоаналитических каналов газоанализатора, приведенные в приложении Б, в таблице Б.1.

2 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 - Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	Да	Да	п.7
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	п.8
2.1 Контроль условий поверки	Да	Да	п. 8.1
2.2 Проверка общего функционирования	Да	Да	п. 8.3.1
2.3 Проверка герметичности пробоотборного зонда с обогреваемой линией	Да	Да	п.8.3.2
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	Да	Да	п.9
4 Определение метрологических характеристик			п.10
4.1 Определение погрешности в условиях эксплуатации	Да	Да	п. 10.1
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п.11

2.2 Поверка газоанализатора на меньшем числе измерительных каналов, поддиапазонах измерений и компонентов не предусмотрена.

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

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °C 20 ± 5 ;
- атмосферное давление, кПа от 90 до 104,6;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки систем допускаются лица, ознакомленные с приказом Минпромторга России от 31.08. 2020 г. № 2510, приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах», документацией на газоанализатор (руководство по эксплуатации), имеющие квалификацию поверителя, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – 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
8.1 Контроль условий поверки	Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +5 до +35 °С, относительной влажности от 10 до 95 %, атмосферного давления от 90,0 до 104,6 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более ± 3 %, температуры не более $\pm 1,0$ °С, абсолютного давления $\pm 0,5$ кПа	Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13) Измеритель параметров микроклимата «МЕТЕОСКОП-М» (регистрационный номер 32014-11)
8.3.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда с обогреваемой линией	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 1 и 2 разряда в соответствии с поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315 (характеристики ГС приведены в таблице А.1 приложения А настоящей МП)	ГСО 10531-2014 (O_2/N_2) ¹⁾
10.1 Определение погрешности в условиях эксплуатации	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 1 и 2 разряда в соответствии с поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315 (характеристики ГС приведены в таблице Б.1 приложения Б настоящей МП)	ГСО 10531-2014 (O_2/N_2 , CO_2/N_2), ГСО 10546-2014 (SO_2/N_2 , NO/N_2 , NO_2/N_2 , CO/N_2), в баллонах под давлением ¹⁾
10.1 Определение погрешности в условиях эксплуатации	Государственный вторичный эталон единиц молярной доли газовых компонентов в диапазоне значений от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации газовых компонентов в диапазоне значений от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 в промышленных выбросах в реальной матрице (2.1.ZZB.0267.2018);	Государственный вторичный эталон единиц молярной доли газовых компонентов в диапазоне значений от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации газовых

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
		компонентов в диапазоне значений от 2 мг/м ³ до 10000 мг/м ³ в промышленных выбросах в реальной матрице (2.1.ZZB.0267.2018);
8-10 Подготовка к поверке и опробование средства измерений; определение метрологических характеристик средства измерений	Вентиль точной регулировки с диапазоном рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм Ротаметры для измерений объемного расхода (верхняя граница диапазона измерений 0,63 м ³ /ч, пределы допускаемой приведенной погрешности $\pm 2,5$ %) Трубка фторопластовая диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160) Ротаметры РМФ-0,63 ГУЗ по ГОСТ 13045-80 Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87
¹⁾ Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в Приложении Б, при выполнении следующих условий: - номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС из таблицы Приложения А; - отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой погрешности поверяемого средства измерений, должно быть не более 1/2.		

5.2 Допускается применение аналогичных средств измерений, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых систем с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений должны быть поверены¹⁾, газовые смеси и азот газообразный в баллонах под давлением – действующие паспорта, эталоны – действующие свидетельства об аттестации.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

¹⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны не должны превышать значений, приведенных в ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 При работе с газоанализатором необходимо соблюдать «Правила технической

эксплуатации электроустановок потребителей», утверждённые приказом Минэнерго РФ № 6 от 13.01.2003 и «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утверждённые приказом Минтруда России № 328 н от 24.07.2013, введённые в действие с 04.08.2014.

6.4 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

6.5 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

6.6 К поверке допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на газоанализатор и прошедшие необходимый инструктаж.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализатора следующим требованиям:

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

7.1.2 Комплектность и маркировка должны соответствовать указанным в описании типа на систему.

7.1.3 Для газоанализатора должны быть установлены:

- исправность органов управления, настройки и коррекции;
- четкость всех надписей на лицевых панелях СИ;
- четкость и контрастность цифрового дисплея СИ.

7.1.4 Для пробоотборного зонда с обогреваемой линией должно быть установлено соответствие температуры, указанной в паспорте, температуре точки росы для конкретного объекта с учетом запаса +15 °С.

7.1.5 Газоанализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Контроль условий поверки на соответствие разделу 3 проводят с использованием средств измерений, указанных в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

Результаты контроля условий поверки считают положительными, если условия поверки соответствуют условиям, приведенным в разделе 3 настоящей методики поверки.

8.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.2.1 Подготавливают газоанализатор к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

8.2.2 Подготавливают к работе средства поверки, указанные в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.2.3 Проверяют наличие паспортов и сроки годности ГС.

8.2.4 Баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение не менее 24 ч.

8.2.5 Включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.2.6 При проверке диапазонов измерений и определении относительной погрешности объемной доли для всех измеряемых компонентов собирают газовую следующую схему

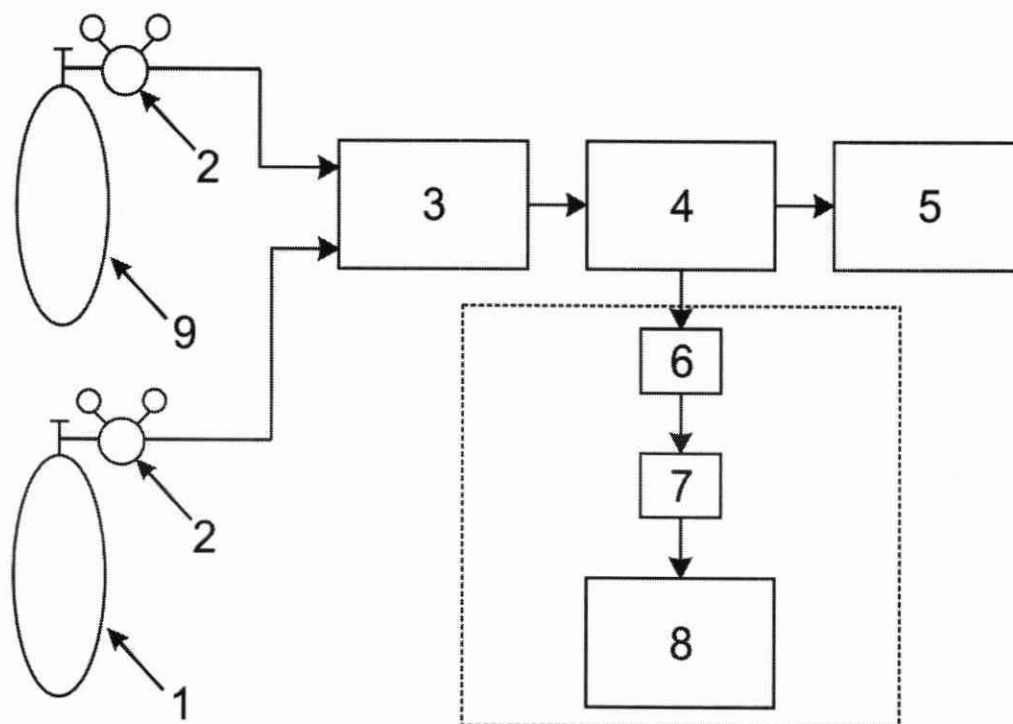


Рис. 1 Газовая схема для проверки диапазонов измерений и определении относительной погрешности объемной доли измеряемых компонентов

1 – баллон с ГСО-ПГС

2 – редуктор

3 – генераторный блок ГГС-РМ вторичного эталона

4 – рабочая обогреваемая камера вторичного эталона

5 – газоаналитический блок вторичного эталона

6 – пробоотборный зонд газоанализатора – рабочего эталона первого разряда PG-350 P-AMS

7 – обогреваемая линия газоанализатора – рабочего эталона первого разряда PG-350 P-AMS

8 – газоанализатор – рабочий эталон первого разряда PG-350 P-AMS

9 – баллон с газом-разбавителем

Баллоны с ГСО (1) и газом разбавителем (9) подсоединяются к генераторному блоку ГГС-РМ (3), приготовленная блоком газовая смесь по обогреваемой линии поступает в рабочую обогреваемую камеру вторичного блока (4), по установленному в камеру пробоотборному зонду ГС по обогреваемой линии поступает на газоанализатор – рабочий эталон первого разряда PG-350 P-AMS. Так же одновременно ГС поступает на газоаналитический блок вторичного эталона.

8.3.1 Проверка общего функционирования

Проверку общего функционирования газоанализатора проводят в процессе тестирования при запуске в соответствии с РЭ.

Результаты проверки считают положительными, если:

- отсутствует информация об отказах;

- на дисплее индицируется текущая информация об измеряемых параметрах;

8.3.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда с обогреваемой линией

Проверка осуществляется подачей ПГС №2 (O_2/N_2) (таблица А.1 приложения А) на вход зонда, через устройство отбора и подготовки пробы.

Предварительно подают указанные выше ПГС непосредственно на вход газоанализатора.

Результаты считаются положительными, если изменение показаний по каналу измерений кислорода не превышает пределов погрешности, приведенной в таблице Б.1 Приложения Б.

9 Проверка программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в подтверждении идентификационных данных метрологически значимой части программного обеспечения системы.

Идентификационные данные ПО (номер версии) отображаются на несколько секунд на дисплее при запуске газоанализатора.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считают положительным, если полученные идентификационные данные наименования и номера версии ПО соответствуют указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение погрешности в условиях эксплуатации

Определение погрешности проводят согласно п. 8.2.6. Номинальные значения объемной доли газовых компонентов в точках проверки приведены в Таблице А.1 Приложения А. Поочередно подают ПГС на вход пробоотборного зонда в последовательности: №№ 1-2-3 и считывают показания с дисплея газоанализатора.

Номинальные значения содержания измеряемых компонентов в ПГС приведены в таблице А.1 приложения А.

Значения относительной погрешности (δ в %) для диапазонов, приведенных в таблице Б.1 приложения Б, рассчитывают для каждой ГС по формуле

$$\delta = \frac{C_i - C_d}{C_d} \cdot 100, \quad (1)$$

где C_i – показания дисплея газоанализатора при подаче i -ой ПГС, млн^{-1} (% об.);

C_d – действительное значение объемной доли определяемого компонента, измеренное с помощью вторичного эталона, млн^{-1} (% об.).

Результаты определения считают положительными, если полученные значения погрешности не превышают пределов допускаемой погрешности каналов, приведенных в таблицах Б.1. Приложения Б.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Газоанализатор признают соответствующим метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, а результаты проверок по пп. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа газоанализатора.

11.2 Проверяется соответствие полученных значений относительной погрешности измерений объемной доли и массовой концентрации для всех измеряемых компонентов газоанализатора установленным метрологическим требованиям в Приказе от 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах» для рабочих эталонов 1-го разряда.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Форма протокола поверки приведена в Приложении Г (рекомендуемом).

12.2 Системы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца 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.

Таблица А.1 Перечень и метрологические характеристики ГС, используемых при поверке

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли, млн ⁻¹ (%)	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹ (%)			Источник получения ГС (Номер ГСО)
		ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	
NO	от 10 до 25 включ. св. 25 до 50 включ. св. 50 до 500 включ. св. 500 до 2500	20±5	450±50	2300±200	ГСО 10546-2014 (NO/N ₂)
SO ₂	от 15 до 50 включ. св. 50 до 200 включ. св. 200 до 500	40±10	180±20	450±50	ГСО 10546-2014 (SO ₂ /N ₂)
CO	от 25 до 80 включ. св. 80 до 1000	60±20	450±50	900±100	ГСО 10546-2014 (CO/N ₂)
NO ₂ ¹⁾	от 10 до 25 включ. св. 25 до 50 включ. св. 50 до 500 включ. св. 500 до 2500	20±5	450±50	2300±200	ГСО 10546-2014 (NO ₂ /N ₂)
O ₂	от 1,2 до 5 % включ. св. 5 до 25 %	4±1 %	12±2 %	23±2 %	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂)
CO ₂	от 1 до 20 % включ. св. 20 до 30 %	5±1 %	15±2 %	27±3 %	ГСО 10531-2014 (CO ₂ /N ₂)
¹⁾ ГСО-ПГС NO ₂ /N ₂ применяется для проверки метрологических характеристик измерительного канала суммы оксидов азота (NO _x) газоанализатора.					

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики газоаналитических каналов газоанализатора в условиях эксплуатации

Определяемый компонент	Диапазон измерения объемной доли (Y) компонента ²⁾ , млн ⁻¹ (%)	Пределы допускаемой относительной погрешности в условиях эксплуатации ¹⁾ , %
Оксид углерода (CO)	от 25 до 80 включ.	$\pm(17,5-0,17 \cdot Y)$
	св. 80 до 1000	± 5
Диоксид серы (SO ₂)	от 15 до 50 включ.	$\pm(14,4-0,14 \cdot Y)$
	св. 50 до 200 включ.	$\pm(9-0,02 \cdot Y)$
	св. 200 до 500	± 5
Оксид азота (NO)	от 10 до 25 включ.	$\pm(15,5-0,3 \cdot Y)$
	св. 25 до 50 включ.	$\pm(9-0,04 \cdot Y)$
	св. 50 до 500	± 7
	св. 500 до 2500	± 5
Сумма оксидов азота (NO _x) в пересчете на оксид азота (NO)	от 10 до 25 включ.	$\pm(15,5-0,3 \cdot Y)$
	св. 25 до 50 включ.	$\pm(9-0,04 \cdot Y)$
	св. 50 до 500	± 7
	св. 500 до 2500	± 5
Диоксид углерода (CO ₂)	от 1 до 20 % включ.	± 4
	св. 20 до 30 %	± 3
Кислород (O ₂)	от 1,2 до 5 % включ.	± 4
	св. 5 до 25 %	± 3

¹⁾ В соответствии с Постановлением Правительства Российской Федерации № 1847 от 16.11.2020 «Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений» раздел 3, п. 3.1.3;
²⁾ Номинальная цена единицы наименьшего разряда: 0,01 % для CO₂ и O₂; 0,01 млн⁻¹ для остальных компонентов

Таблица Б.2 – Метрологические характеристики газоаналитических измерительных каналов газоанализатора

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемой вариации показаний, в долях от предела допускаемой погрешности	0,3
Пределы допускаемого изменения выходного сигнала за 24 ч непрерывной работы, в долях от пределов допускаемой погрешности	$\pm 0,3$
Предел допускаемого времени установления выходного сигнала (T _{0,9}), с (время одного цикла без учета транспортного запаздывания)	180

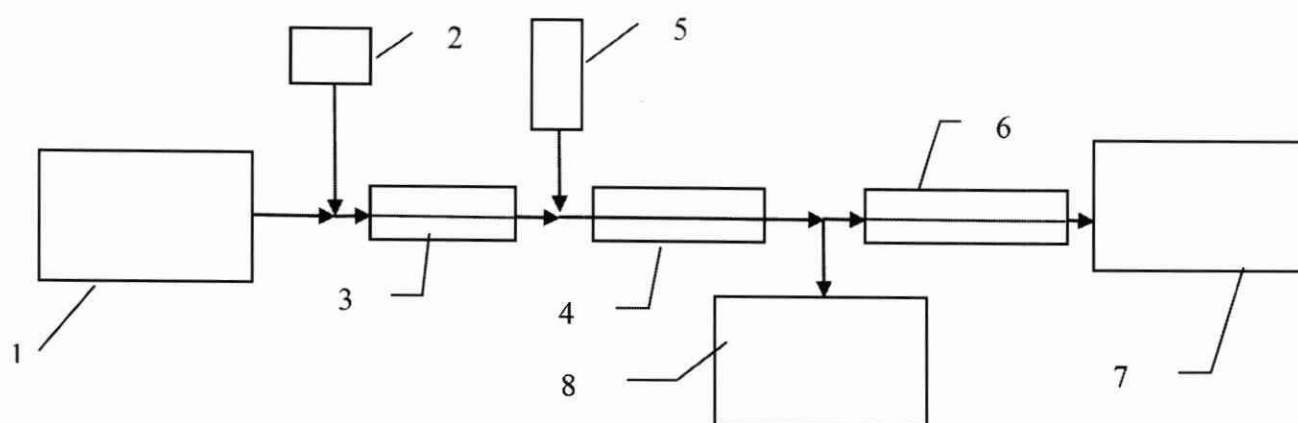


Рисунок 1 – Газовая схема для создания увлажненной нагретой ГС, вторичный эталон (имитация газовых выбросов)

- 1 – разбавительный генератор газовых смесей
- 2 – устройство для подачи воды
- 3 – нагреватель
- 4 – рабочая камера с нагретой, увлажненной ГС
- 5 – баллон с ГС
- 6 – устройство отбора и подготовки пробы газоанализатора (пробоотборный зонд с обогреваемым трубопроводом)
- 7 – газоанализатор
- 8 – газоаналитический блок вторичного эталона

Протокол поверки

Наименование СИ: _____

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Регистрационный номер: _____

Заказчик: _____

Серия и номер клейма предыдущей поверки: _____

Дата предыдущей поверки: _____

Методика поверки: _____

Основные средства поверки: _____

Условия поверки: _____

температура окружающей среды	°C
относительная влажность воздуха	%
атмосферное давление	кПа

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования _____

2.1 Проверка общего функционирования _____

2.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда с обогреваемой линией _____

3 Подтверждение соответствия программного обеспечения _____

4 Результаты определения метрологических характеристик _____

4.1 Результаты определения погрешности в условиях эксплуатации _____

Заключение: на основании результатов первичной (или периодической) поверки газоанализатор признан соответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодным к применению.

Поверитель: _____

Дата поверки: _____