

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «Центрохимсерт»

 Панов А.И.
«30» сентября 2022г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
АНАЛИЗАТОРЫ КИСЛОРОДА ПРОМЫШЛЕННЫЕ
«ХРОМОС O₂»
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП ХАС 2.320.010

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы кислорода промышленные «ХРОМОС O₂» (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «ХРОМОС Инжиниринг» г. Дзержинск, Нижегородской обл. и устанавливает методику их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта), периодической поверки (в процессе эксплуатации).

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость анализаторов к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик	10		
- определение основной погрешности	10.1	Да	Да
- определение вариации показаний	10.2	Да	Нет
- определение времени установления показаний для анализаторов «ХРОМОС O ₂ »	10.3	Да	Да
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да

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

3. Требования к условиям проведения поверки

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 ± 4,0
мм рт.ст.	760 ± 30

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Поверителем анализатора может быть физическое лицо – сотрудник органа Государственной метрологической службы или юридического лица, аккредитованного на право поверки и прошедший аттестацию в установленном порядке, ознакомленный с эксплуатационными документами и требованиями безопасности. Допускается проведение операций поверки обученным персоналом, эксплуатирующим и/или обслуживающим СИ, под контролем поверителя. Операции при работе с токсичными газами должен выполнять оператор, прошедший специальное обучение.

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 измерений

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробованию)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 % с погрешностью не более 2%; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа	Термогигрометр автономный ИВА-6Н-Д, рег. № 82393-21
п.8 (опробование)	Государственные стандартные образцы состава газовых смесей ГСО-ПГС в баллонах под давлением Ротаметры с верхним пределом измерения по воздуху 0,0630 м³/ч Регуляторы давления баллонные с максимальным рабочим давлением 1,25 мПа	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0 ТУ 0271-001-45905715-2016 Регулятор давления НПС (072S-0025C-1S) манометрами A-FLOW с диапазонами измерения от 0 до 1,7 мПа и от 0 до 25 мПа, давление входное до 250 бар, давление выходное от 0.1 до 1.7 бар, Диапазон температур до от -40 до +70 °С, Коэффициент расхода Cv 0.06 * Натекатель (вентиль тонкой регулировки расхода газа) Н-12* Ротаметр промышленный РМ-А-0,063 ГУЗ, рег. №19325-12 Трубка из нержавеющей стали с наружным диаметром 3 мм по гост 14162-79*
п.10 (определение основной погрешности измерения)	Государственные стандартные образцы состава газовых смесей ГСО-ПГС в баллонах под давлением Ротаметры с верхним пределом измерения по воздуху 0,0630 м³/ч Регуляторы давления баллонные с максимальным рабочим давлением 1,25 мПа Секундомер	ГСО-ПГС согласно приложению А Рабочий эталон 1-го разряда - генератор кислорода ГК-500 ИБЯЛ.418319.033 ТУ Секундомер СОПр-2А-5 рег. № 11519-11 Регулятор давления НПС (072S-0025C-1S) манометрами A-FLOW с диапазонами

		измерения от 0 до 1,7 мПа и от 0 до 25 мПа, давление входное до 250 бар, давление выходное от 0.1 до 1.7 бар, Диапазон температур до от -40 до +70 °С, Коэффициент расхода C_v 0.06 * Натекатель (вентиль тонкой регулировки расхода газа) Н-12* Ротаметр промышленный РМ-А-0,063 ГУЗ, рег. №19325-12 Трубка из нержавеющей стали с наружным диаметром 3 мм по гост 14162-79*
--	--	--

Примечания:

- 1) Все средства измерений, кроме отмеченных знаком*» в таблице 2, должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы состава в баллонах под давлением - действующие паспорта.
- 2) Допускается использование Государственных стандартных образцов состава газовых смесей ГСО-ПГС, не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий:
 - номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГСО-ПГС должны соответствовать указанному для соответствующего ГСО-ПГС из приложения А;
 - отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГСО-ПГС к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого анализатора, должно быть не более 1/2.
- 3) Допускается использование других средств поверки и вспомогательных устройств, не уступающим по своим характеристикам средствам поверки и вспомогательным устройствам, перечисленным выше.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.2.007.0-75, Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н и требования безопасности, установленные в руководстве по эксплуатации и эксплуатационной документации на средства поверки.

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

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

6.4 При эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соблюдаться требования техники безопасности согласно Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением» (утверждены Федеральной службой по экологическому, технологическому и атомному надзору приказом от 15 декабря 2020 года N 536).

6.5 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности и оборудовано необходимыми средствами пожаротушения. Допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям эксплуатационной документации;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

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

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

8.1.4 Выдержать анализаторы и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 24 ч.

8.1.5 Подготовить поверяемый анализатор, средства поверки и вспомогательные средства к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование проводить в условиях, оговоренных в 3.

При опробовании проводится проверка общего функционирования поверяемого анализатора в соответствии с разделом «Установка, подготовка к работе, запуск» Руководства по эксплуатации.

Включить анализатор на ГС № 1. Убедиться в установлении стабильных показаний и наличии сигнала о включенном состоянии.

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если:

- после подачи электрического питания и газовой смеси на анализатор и окончании времени прогрева отсутствуют сообщения об ошибках.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО поверяемого анализатора;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, указанными в Описании типа анализаторов.

9.3 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если идентификационные данные соответствуют с указанными в Описании типа.

10. Определение метрологических характеристик

10.1 Определение основной погрешности

Определение основной погрешности анализаторов проводить по схеме, приведенной на рисунке Б.1 Приложении Б. Подачу ГС (таблицы А. 1 Приложения А) проводить в следующей последовательности:

а) при первичной поверке

- №№ 1-2-3-4-3-2-1-4

б) при периодической поверке

- №№ 1-2-3-4 в следующем порядке:

1) собрать газовую схему, представленную в Приложении Б;

2) подать на анализаторы ГС № 1;

3) зафиксировать установившиеся значения:

- по цифровому дисплею анализаторов.

4) повторить операции по пп. 2) - 3) для всех ГС (Приложение А таблица А.1).

- по цифровому дисплею анализаторов.

4) повторить операции по пп. 2) - 3) для всех ГС (Приложение А таблица А.1).

Значение основной абсолютной погрешности анализаторов (Δ), молярная доля определяемого компонента, % или млн^{-1} , рассчитываются для каждой ГС по формуле:

$$\Delta = X_{\text{изм}} - X_{\text{д}} \quad (1)$$

$X_{\text{изм}}$ – измеренное значение молярной доли компонента, % или млн^{-1} .

$X_{\text{д}}$ – действительное значение молярной доли компонента в ГС, % или млн^{-1} .

Результат считают положительным, если:

- основная погрешность анализаторов во всех точках поверки не превышает значений, указанных в таблице В. 1 Приложения В.

10.2 Определение вариации показаний

Перед проведением процедуры определения вариации показаний необходимо обязательно провести продувку прибора не менее одного часа для обеспечения правильности показаний.

Определение вариации показаний анализаторов допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1 при подаче ГС №3.

Значение вариации показаний анализаторов b определяют на ГС №3 по формуле:

$$b = \frac{X_6 - X_m}{\Delta} \quad (2)$$

где X_6 (X_m) – значение молярной доли компонента при подаче ГС, при подходе к точке поверки со стороны больших (меньших) значений, молярная доля, % или млн^{-1} ;

Δ – предел допускаемой основной абсолютной погрешности анализаторов, молярная доля, % или млн^{-1} .

Результат считают положительным, если вариация не превышает 0,5 в долях от пределов допускаемой основной погрешности.

Поверка выполняется только для рабочего диапазона, указанного в методике измерения.

10.3 Определение времени установления показаний

Определение времени установления показаний проводить в следующем порядке:

- 1) подать на анализаторы ГС № 2;
- 2) дождаться установления показаний анализаторов;
- 3) отключить клапан подачи ГС № 2 и включить клапан подачи ГС № 4;
- 4) дождаться установления показаний анализаторов.

Для определения $T_{0,9}$ используется секундомер.

Результат считают положительным, если время установления показаний не превышает, с, для диапазона измерений молярной доли кислорода:

- от 1 до 200 млн^{-1}	100
- от 1 до 500 млн^{-1}	100
- от 1 до 1000 млн^{-1}	60
- от 1 до 5000 млн^{-1}	60
- от 1 до 10000 млн^{-1}	60
- от 0,1 до 100 %	60

11. Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

Результаты поверки считают положительными, если выполнены требования пунктов 7, 8, 9, 10 настоящей методики поверки, и полученные значения основной погрешности измерений п. 10.1, не превышают значений, указанных в Приложении В.

12. Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки.

11.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают пригодными к применению.

11.3 Результаты поверки подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единств измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, на средство измерений наносится знак поверки, и (или) выдается свидетельство о поверке средств измерений, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Перечень газовых смесей, используемых при поверке

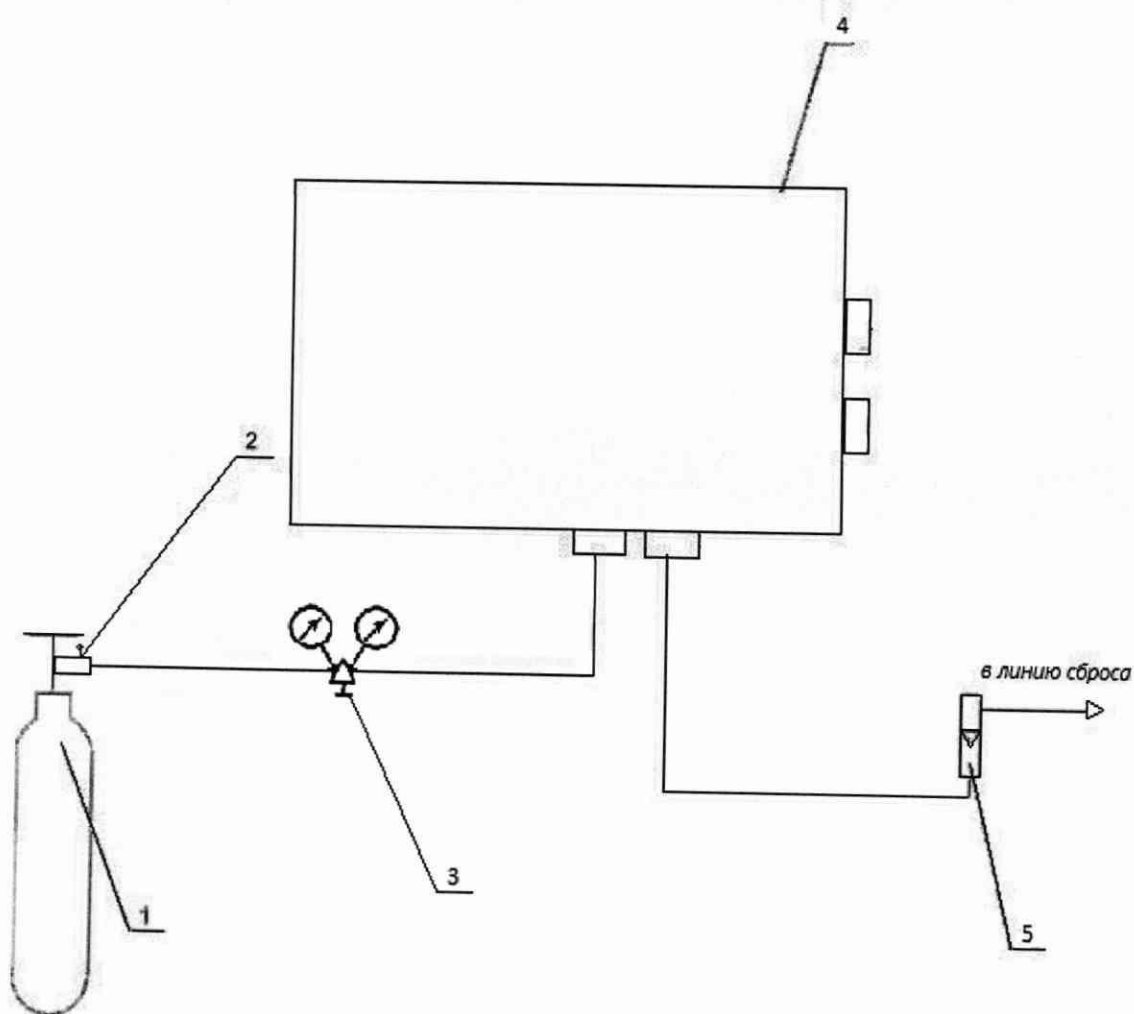
Таблица А.1 – Перечень газовых смесей, используемых при поверке анализаторов

Диапазон измерений молярной доли, млн ⁻¹	Номинальное значение концентрации в ПГС, млн ⁻¹ , пределы допускаемого отклонения				Источник получения ПГС
	ГС №1	ГС №2	ГС №3	ГС №4	
От 1 до 200	0,0	-	-	-	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0
	-	5 ±20 % отн.	100 ±10 % отн.	180 ±10 % отн.	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂), 1 разряд
От 1 до 500	0,0	-	-	-	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0
	-	5 ±20 % отн.	180 ±10 % отн.	470 ±10 % отн.	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂), 1 разряд
От 1 до 1000	0,0	-	-	-	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0
	-	5 ±20 % отн.	470 ±10 % отн.	950 ±10 % отн.	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂), 1 разряд
От 1 до 5000	0,0	-	-	-	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0
	-	5 ±20 % отн.	2500 ±5 % отн.	4700 ±5 % отн.	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂), 1 разряд
От 1 до 10000	0,0	-	-	-	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0
	-	5 ±20 % отн.	4800 ±5 % отн.	9500 ±5 % отн.	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂), 1 разряд
Диапазон измерений молярной доли, %	Номинальное значение концентрации в ПГС, %				Источник получения ПГС
	ГС №1	ГС №2	ГС №3	ГС №4	
От 0,1 до 100	0,0	-	-	-	Гелий газообразный высокой чистоты марка 6.0
	-	10 ±3 % отн.	50 ±3 % отн.	100 ±0,05 % отн.	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂), 1 разряд

Примечание:

- 1) Допускается для получения ГС использовать ГС с высоким содержанием определяемого компонента и динамический генератор-разбавитель газовых смесей, например, генератор кислорода ГК-500 (эталон 1-го разряда) для диапазонов от 1 до 200 млн⁻¹, от 1 до 500 млн⁻¹ при выполнении следующего требования - отношение погрешности, с которой устанавливается содержание определяемого компонента в ГС на выходе из генератора к пределу допускаемой погрешности поверяемого анализатора, должно быть не более 1/3.
- 2) Погрешность аттестации ГСО 10531-2014: кислород [O₂] – 4 % отн. (5 млн⁻¹), 2,5 % отн. (100 млн⁻¹, 180 млн⁻¹, 470 млн⁻¹, 950 млн⁻¹); 1,5 % отн. (2500 млн⁻¹, 4700 млн⁻¹, 9500 млн⁻¹); 0,6 % отн. (10 %) 0,2 % отн. (50 %); 0,02 % отн. (100 %)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)
Схемы подачи ГС на анализаторы



- 1 – баллон с ГС или генератор кислорода ГК-500 без натекателя;
- 2 – Натекатель Н-12;
- 3 – Редуктор;
- 4 – Анализатор;
- 5 – Ротамер.

При поверке анализатора с диапазонами измерений молярной доли кислорода от 1 до 10000 млн⁻¹ и менее подачу ГС осуществлять при помощи трубки из нержавеющей стали, при поверке анализатора с диапазоном показаний молярной доли кислорода от 0,1 до 100 % подачу ГС осуществлять при помощи трубки из нержавеющей стали или фторопласта.

Рисунок Б.1 – Схема подачи ГС на анализаторы

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов

Таблица В.1 - Основные метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение		
Диапазон измерения молярной доли кислорода, млн ⁻¹	от 1 до 10000 млн ⁻¹ (0,0001-1,0000 % мол.)		
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, где $C_{вх}$ – молярная доля определяемого компонента на входе анализатора, млн ⁻¹	Диапазон измерения молярной доли кислорода, млн ⁻¹ (% мол.)	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, млн ⁻¹	Предел допускаемого времени установления показаний, $T_{0,9}$, с
	От 1 до 200 (0,0001-0,0200)	$\pm(1,0+0,05 \cdot C_{вх})$	100
	От 1 до 500 (0,0001-0,0500)	$\pm(1,0+0,05 \cdot C_{вх})$	100
	От 1 до 1000 (0,0001-0,1000)	$\pm(4,0+0,08 \cdot C_{вх})$	60
	От 1 до 5000 0,0001-0,5000	$\pm(50+0,06 \cdot C_{вх})$	60
	От 1 до 10000 (0,0001-1,0000)	$\pm(90+0,06 \cdot C_{вх})$	60
Диапазон измерения молярной доли кислорода, %	от 0,1 % до 100 %		
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, где $C_{вх}$ – молярная доля определяемого компонента на входе анализатора, %	Диапазон измерения молярной доли кислорода, %	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, %	Предел допускаемого времени установления показаний, $T_{0,9}$, с
	От 0,1 до 100	$\pm(0,5+0,03 \cdot C_{вх})$	60