

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

«12» октября 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Датчики кислорода искробезопасные ДКИ
Методика поверки
МП 242-1255-2023

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

А.В. Колобова

«12» октября 2023 г.

Разработчик
Руководитель лаборатории
Т.Б. Соколов

Санкт-Петербург
2023 г

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на датчики кислорода искробезопасные ДКИ (далее - датчики), выпускаемые ООО МНТЛ «Ривас», г. Москва, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 31 декабря 2020 г. № 2315, подтверждающая прослеживаемость 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 средством измерений величины, воспроизводимой эталоном или стандартным образцом.

Примечания:

1) При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

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 поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (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	8.1, 8.2
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям			10

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение основной абсолютной погрешности	да	да	10.1
Определение вариации выходного сигнала	да	нет	10.2
Определение времени установления выходного сигнала	да	да	10.3

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °C 20±5
- диапазон относительной влажности воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 3,3

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с датчиками и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, ГОСТ Р 52931-2008, Приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах», эксплуатационной документацией на датчики, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по охране труда.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °C до +25 °C, с абсолютной погрешностью не более ±1 °C; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ±3 %; средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 98 до 104,6 кПа, с абсолютной погрешностью не более ±0,5 кПа	Прибор комбинированный Testo 622, пер. № 53505-13

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.10 Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 1 разряда в соответствии с государственной 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 Приложении А)	ГСО 10531-2014 (O ₂ -N ₂) в баллонах под давлением ¹⁾
	Азот газообразный в баллонах под давлением, объемная доля азота не менее 99,99 %	Азот газообразный особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	Средство измерений интервалов времени, класс точности 3	Секундомер механический СОПпр, рег. № 11519-11
	Источник питания постоянного тока напряжением от 0 до 30 В *	Источник питания постоянного тока двухканальный SHENZHEN MASTECH HY-3003-2
	Средство измерений напряжения переменного тока частотой от 45 до 1000 Гц в диапазоне измерений от 0 до 500 В, с абсолютной погрешностью не более $\pm(0,008 \times U_{\text{изм}} + 30\text{k})$ В (значение единицы младшего разряда $k=0,1$ В); средства измерений силы постоянного тока в диапазоне измерений от 0 до 10 А, с абсолютной погрешностью не более $\pm(0,006 \times I_{\text{изм}} + 30\text{k})$ А (значение единицы младшего разряда $k=0,001$ А)	Мультиметр цифровой DT-9959, рег. № 58550-14
	Средство измерений объемного расхода, верхняя граница диапазона измерений 0,063 м ³ /ч, класс точности 4 *	Ротаметр РМ-А-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81
	Вентиль точной регулировки, диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *	Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160
	Вентиль трассовый точной регулировки, диапазон рабочего давления от 0 до 6 кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *	Вентиль трассовый точной регулировки ВТР-4
	Редуктор баллонный, максимальное входное давление 200 кгс/см ² , максимальное выходное давление 3,5 кгс/см ² *	Редуктор баллонный БАЗО-5МГ, ТУ 3645-032-00220531-97, максимальное входное давление 200 кгс/см ² , максимальное выходное давление 3,5 кгс/см ²

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.10 Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Трубка фторопластовая *	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм
	Трубка поливинилхлоридная *	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм
	Капюшон для градуировки датчика ДОУ–51.00.03	
	Вспомогательное оборудование ²⁾ : Персональный компьютер под управлением ОС семейства Windows с установленной программой "RS485 TESTER" версии 2.00.0001 и выше. Преобразователь интерфейса RS485-RS232	

¹⁾ Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий:

- номинальное значение содержания определяемого компонента в ГС должно соответствовать указанному для соответствующей ГС из приложения А;
- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой погрешности поверяемого датчика, должно быть не более 1/3.

²⁾ Для первичной поверки, при наличии в составе датчика модуля цифрового интерфейса RS485.

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

5.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*», должны быть поверены ¹⁾; газовые смеси и чистые газы в баллонах под давлением – иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

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

6.3 Все работы по поверке датчиков должны проводиться с соблюдением действующих «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии», утвержденных приказом Минэнерго РФ от 12 августа 2022 года № 811.

6.4 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают 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 15.12.2020 г. № 536.

6.5 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие датчика следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям раздела 5 руководства по эксплуатации РЭ 421512-008-17282729-11;

¹⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/results>.

- соответствие маркировки требованиям раздела 8 руководства по эксплуатации РЭ 421512-008-17282729-11;

- отсутствие механических повреждений датчика, влияющих на работоспособность.

7.1.2 Датчик считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Контроль условий поверки на соответствие п. 3.1 проводят с использованием средств измерений, указанных в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

Результаты проверки считают положительными, если условия поверки соответствуют условиям, приведенным в п. 3.1 настоящей методики поверки.

8.2 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением;
- баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч;
- выдержать датчик и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч;
- подготовить датчик к работе в соответствии с разделом 10 руководства по эксплуатации РЭ 421512-008-17282729-11;

- подготовить средства поверки и вспомогательные средства к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.3 Опробование

8.3.1 Опробование (проверку работоспособности) датчика проводят в следующем порядке:

1) включить электрическое питание датчика;

2) приблизительно через 1 с после подачи питания на индикаторе должен появиться мигающий символ, сигнализирующий о выполнении микроконтроллером циклической программы; при этом напряжение на аналоговом выходе должно быть не более 20 мВ, оба светодиода на лицевой панели не должны светиться, контакты реле должны быть разомкнуты;

3) приблизительно через 6 с должна появиться цифровая индикация объемной доли кислорода и соответствующее напряжение на выходах (см. п. 10.7 РЭ 421512-008-17282729-11). При этом должен загореться один из светодиодов на лицевой панели НОРМА или ТРЕВОГА (в зависимости от значения установленного порога срабатывания сигнализации). В режиме НОРМА, кроме того, должны замкнуться контакты реле.

4) включают тестовый режим датчика, для чего нажимают и удерживают кнопку "+" в течение не менее 4 с, после чего:

- в течение 4 с имитируется отказ датчика; при этом реле размыкается, загорается красный светодиод ТРЕВОГА, индикатор мигает и на нем отображается текущее значение порога срабатывания релейного выхода, на аналоговом выходе устанавливается напряжение не более 10 мВ, а по цифровому интерфейсу выводится сигнал о критической ошибке и включении тестового режима;

- в течение следующих 32 с имитируется измерение объемной доли кислорода 25 %, индикатор отображает соответствующее показание концентрации, а на аналоговом выходе устанавливается напряжение 2000 ± 4 мВ, а по цифровому интерфейсу выводится сигнал о состоянии тревоги;

- в течение следующих 32 с имитируется измерение объемной доли кислорода 0 %, индикатор отображает 0,0, а на аналоговом выходе устанавливается напряжение 400 ± 4 мВ.

8.3.2 Результаты опробования считают положительными, если соблюдается описанная выше последовательность при включении электрического питания и в тестовом режиме, и отсутствует информация об отказах.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят путем проверки соответствия ПО датчика тому ПО, которое было зафиксировано при испытаниях в целях утверждения типа.

9.2 Для проверки соответствия ПО проводят визуализацию идентификационных данных ПО, установленного в датчик (микропрограммы контроллера), в следующем порядке:

1) нажав кнопку "МЕНЮ" вызывают меню просмотра параметров²⁾, на дисплее должны отобразиться символы "ПР.ПА";

2) однократно нажимают кнопку "МЕНЮ", на дисплее отобразится идентификатор изделия в виде 4-х значного числа, в последнем разряде которого указывается номер версии ПО;

3) повторно нажимают кнопку "МЕНЮ", на дисплее отобразится контрольная сумма ПО. Для возврата в режим измерений следует прокрутить список параметров до конца (25 нажатий кнопки "МЕНЮ"), либо дождаться автоматического возврата через 2 мин.

9.3 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если номер версии ПО соответствует указанному в Описании типа датчиков.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение основной абсолютной погрешности

Определение основной абсолютной погрешности датчика проводят в следующей последовательности:

а) собирают газовую схему, представленную на рисунке Б.1 (Приложение Б);

б) на вход датчика, используя капюшон для градуировки датчика ДОУ–51.00.03, подают ГС в последовательности №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3.

Время подачи каждой ГС не менее $3T_{0,9d}$ (предела допускаемого времени установления выходного сигнала), время подачи контролируют с помощью секундомера.

Расход ГС устанавливают в диапазоне от 0,4 до 0,6 дм³/мин вентилем точной регулировки.

в) фиксируют установившиеся показания датчика при подаче каждой ГС по показаниям дисплея датчика, дисплея персонального компьютера с автономным ПО "RS485 TESTER" (цифровой выходной сигнал RS485) и вторичного прибора, подключенного к аналоговому выходу датчика.

По показаниям вторичного прибора, подключенного к аналоговому выходу (0,4-2) В датчика, рассчитывают результат измерений объемной доли кислорода по формуле

$$C = \frac{C_v}{1,6} \cdot (U - 0,4) \quad (1)$$

где U - значение выходного сигнала по напряжению, В;

C_v - верхняя граница диапазона показаний, соответствующая значению выходного сигнала по напряжению 2,0 В, объемная доля кислорода, %.

г) значение основной абсолютной погрешности датчика Δ_i , объемная доля кислорода, %, рассчитывают по формуле

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

где C_i - установившиеся показания датчика при подаче i -й ГС, объемная доля кислорода, %;

C_i^d - действительное значение объемной доли кислорода в i -ой ГС, %.

Результаты определения считают положительными, если основная погрешность датчика не превышает пределов, указанных в таблице В.1 Приложения В для соответствующей версии встроенного ПО.

²⁾ Пароль режима просмотра параметров, установленный по умолчанию производителем, "100".

10.2 Определение вариации выходного сигнала

Определение вариации выходного сигнала допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1 при подаче ГС № 2 (Приложение А).

Значение вариации выходного сигнала датчика ϑ_{Δ} , в долях от пределов допускаемой основной абсолютной погрешности, рассчитывают по формуле

$$\vartheta_{\Delta} = \frac{C_2^B - C_2^M}{\Delta_0}, \quad (3)$$

где C_2^B, C_2^M - результат измерений содержания определяемого компонента при подходе к точке 2 со стороны больших и меньших значений, объемная доля кислорода, %;

Δ_0 - пределы допускаемой основной абсолютной погрешности датчика в точке 2, объемная доля кислорода, %.

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

10.3 Определение времени установления выходного сигнала

Время установления показаний определяют при переходе из атмосферного воздуха в ГС № 1 в следующем порядке:

- подают на вход датчика ГС № 1, фиксируют установившиеся показания датчика. Отклонение от нулевых показаний должно быть не более 0,5 в долях от предела допускаемой основной абсолютной погрешности. Расход ГС устанавливают равным $(0,4 \pm 0,1)$ дм³/мин;

- выдерживают датчик в чистом атмосферном воздухе до установления выходного сигнала, фиксируют установившиеся показания датчика;

- вычисляют значение, равное 0,1 установившихся показаний;

- подают на вход датчика, используя капюшон, входящий в комплект поставки датчика, ГС № 1, включают секундомер и фиксируют время достижения значений, рассчитанного на предыдущем шаге.

Результаты определения считают положительными, если время установления выходного сигнала не превышает 60 с.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки по форме, установленной системой менеджмента качества (СМК) поверителя.

11.2 Датчики, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по заявлению владельца датчика или лица, представившего датчик на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по заявлению владельца датчика или лица, представившего датчик на поверку, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении).

Приложение А
(обязательное)

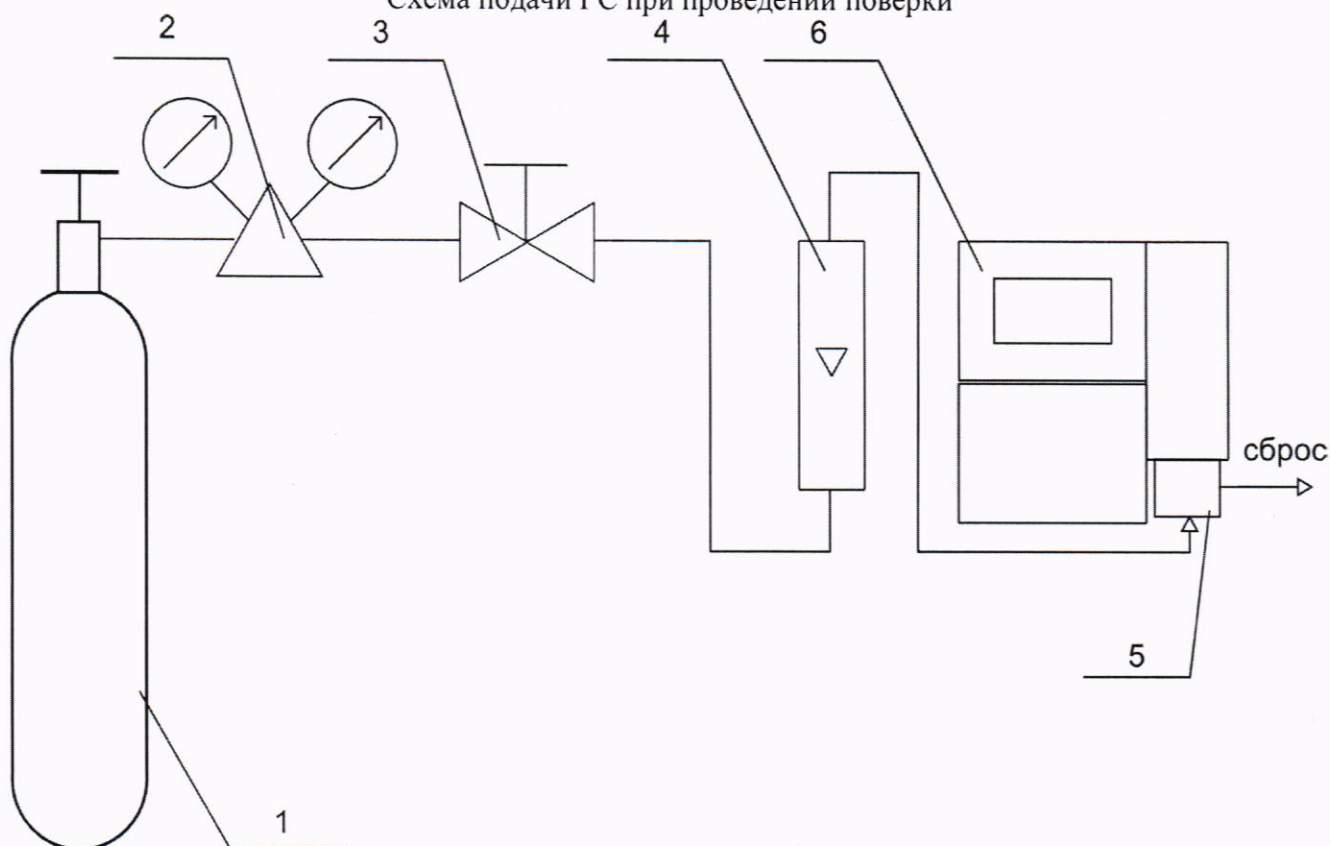
Характеристики ГС, используемых при проведении поверки датчиков

Таблица А.1 - Характеристики ГС, используемых при проведении поверки датчиков

Определяемый компонент (измерительный канал)	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, %	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, %			Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС ¹⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3		
Кислород (O ₂)	от 0 до 25	азот			-	о.ч. сорт 1 ГОСТ 9293-74
			12,5 % ± 3 % отн.		±0,6	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂)
				24,0 % ± 3 % отн.	±0,4	
¹⁾ Изготовители и поставщики ГСО – предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.						

Приложение Б
(рекомендуемое)

Схема подачи ГС при проведении поверки



1 – баллон с ГС; 2 – редуктор баллонный; 3 – вентиль точной регулировки; 4 – индикатор расхода (ротаметр); 5 – капюшон для градуировки датчика (ДОУ–51.00.03); 6 – датчик

Примечание – источник питания постоянного тока и вторичный прибор, подключенный к аналоговому выходу, на схеме не показаны

Рисунок Б.1 – Схема подачи ГС из баллонов под давлением

Приложение В
(обязательное)
Метрологические характеристики датчиков

Таблица В.1 – Метрологические характеристики датчиков

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объемной доли кислорода, %	от 0 до 25
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, объемная доля кислорода, %: - для датчиков с версией встроенного ПО 1	$\pm(0,5+0,1 \cdot C_{\text{вх}})$, где $C_{\text{вх}}$ – объемная доля кислорода на входе датчика, %
- для датчиков с версией встроенного ПО 2	$\pm 0,6$
Предел допускаемой вариации выходного сигнала, в долях от предела допускаемой основной абсолютной погрешности	0,5
Номинальное время установления показаний $T_{0,9\text{ном}}$, с, не более	60
Нормальные условия измерений: - температура окружающей среды, °С - диапазон относительной влажности окружающей среды, % - атмосферное давление, кПа	20 ± 5 от 30 до 80 $101,3 \pm 3,3$