

СОГЛАСОВАНО

Заместитель руководителя ЛОЕИ

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»

В. А. Лапшинов

М.п. «22» ноября 2023 г.



«ГСИ. Анализаторы кислорода ЕС911.
Методика поверки»

МП-758/11-2023

г. Чехов,
2023 г.

1. Общие положения

1.1. Настоящая методика распространяется на анализаторы кислорода ЕС911 (далее – анализаторы) с серийными номерами 900G52757, 900G52758 и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

1.2. В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблицах 1-2.

Таблица 1 – Метрологические требования

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, млн ⁻¹ (ppm)	Пределы допускаемой приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности измерений, %
Кислород (O ₂)	от 0 до 1000	±5

Таблица 2 – Дополнительные метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Время установления показаний, T ₉₀ , с, не более	20

1.3. Прослеживаемость при поверке анализаторов обеспечивается в соответствии с ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 декабря 2020 г. № 2315, к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

1.4. При определении метрологических характеристик поверяемого анализатора используется метод прямых измерений поверяемым анализатором величины, воспроизводимой с помощью государственных стандартных образцов состава газовых смесей или рабочих эталонов, соответствующих указанной ГПС.

2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Обязательность выполнения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
		первичной поверке	периодической поверке	
1	Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
3	Проверка программного обеспечения	да	да	9
4	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	-	-	-
4.1	Проверка диапазона и определение приведенной погрешности измерений содержания определяемого компонента	да	да	10.1
4.4	Определение времени установления показаний	да	нет	10.2

2.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, поверку прекращают.

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
относительная влажность окружающего воздуха, %	от 30 до 80
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106
мм рт.ст.	от 630 до 795

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации на поверяемый анализатор, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику поверки, знающие правила эксплуатации электроустановок, правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, имеющие соответствующую квалификацию и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право проведения поверки средств физико-химических измерений.

4.2. Для получения результатов измерений, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего анализатор (под контролем поверителя).

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1. При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – 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)	Средства измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,5 °С; - атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа - относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 80 % с погрешностью не более 3 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 (рег. № 71394-18)
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Рабочий эталон 1-го разряда по ГПС, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «31» декабря 2020 г. № 2315	Генераторы газовых смесей ГГС мод. ГГС-Р, ГГС-Т, ГГС-К, ГГС-03-03 (рег. № 62151-15)
	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением - рабочие эталоны 0-го, 1-го и 2-го разряда по ГПС, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «31» декабря 2020 г. № 2315	Стандартные образцы состава газовых смесей ГСО в баллонах под давлением (Приложение А)
	ПНГ-азот по ГОСТ 9293-74 – особой чистоты сорт 1, 2	Азот газообразный в баллонах под давлением 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
	Средства измерений времени подачи ГС в диапазоне измерений (от 0 до 59,99 с; от 0 до 9 ч. 59 мин. 59,99 с). Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений времени $\pm (9,6 \times 10^{-6} \times T_x + 0,01)$ с, где T_x – значение измеренного интервала времени	Секундомер электронный Интеграл С-01 (рег. № 44154-16)
	Средство измерений объемного расхода, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4 (по ГОСТ 13045-81)	Ротаметры с местными показаниями стеклянные РМС (рег. № 67050-17)
	Вспомогательное техническое средство для контроля рабочего давления по ТУ26-05-90-87	Редуктор баллонный БКО-25-1*
	Вспомогательное техническое средство для контроля рабочего давления. РУ-150 атм. ИБЯЛ.306249.006	Вентиль точной регулировки*
	Вспомогательное техническое средство для соединения коммуникаций. Диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1,5 мм.	Трубка фторопластовая* по ТУ 6-05-2059-87
Примечания: 1) Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице. 2) Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (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 из приложения А; - отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой приведенной погрешности поверяемого анализатора, должно быть не более 1/2. 3) Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 4 знаком «*», должны быть поверены (сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений), поверочные газовые смеси в баллонах под давлением должны иметь действующие паспорта.		

6. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1. Помещение, в котором проводится поверка, 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. Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ Р 12.1.019-2017.

6.4. При работе с газовыми смесями и чистыми 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 15.12.2020 года № 536.

6.5. Не допускается сбрасывать ПГС в атмосферу рабочих помещений.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1. При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений (царапин, вмятин и др.), загрязнений, следов коррозии, влияющих на работоспособность анализаторов;
- исправность устройств управления;
- четкость надписей на лицевой панели;
- наличие маркировки в соответствии с описанием типа и эксплуатационной документацией.

7.2. Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если выполнены перечисленные выше требования.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1. Контроль условий поверки

8.1.1 Проверить соблюдение условий проведения поверки на соответствие раздела 3 настоящей МПИ-758/11-2023.

8.1. Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

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

8.2.3 Баллоны с ГС выдерживать при температуре поверки не менее 24 ч.

8.2.4 Выдерживать поверяемый анализатор и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

8.2.5 Подготовить поверяемый анализатор и эталонные средства измерений к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.3. Опробование средства измерений

8.3.1 При опробовании проводится общая проверка функционирования анализатора при включении электрического питания в порядке, описанном в эксплуатационной документации.

8.3.2 Результат опробования считают положительным, если:

- на дисплее анализатора отображается измерительная информация;
- органы управления анализатора функционируют.

9. Проверка программного обеспечения

9.1 Проверку идентификационных данных программного обеспечения анализатора проводят сравнением идентификационного наименования и номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (номер версии встроенного ПО отображается на дисплее), с номером версии, указанным в описании типа анализаторов.

9.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- на дисплее анализатора при включении отобразится номер версии ПО.

9.3 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если идентификационные данные номера версии не ниже указанного в Описании типа анализаторов.

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

10.1 Проверка диапазона и определение приведенной погрешности измерений содержания определяемого компонента

10.1.1 Определение погрешности измерений содержания определяемого компонента анализатора проводят по схеме, приведенной в Приложении Б, рисунок Б.1 при поочередной подаче на вход анализатора поверочных газовых смесей ГС (таблица А.1 приложения А) в последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3

где:

1 – ПНГ-азот;

2 – ГС, соответствующая одному из значений, находящемуся в границах $(50 \pm 5) \%$ поверяемого диапазона;

3 – ГС, соответствующая одному из значений, находящемуся в границах $(95 \pm 5) \%$ поверяемого диапазона.

В качестве источника ГС могут использоваться:

- баллоны с ГСО;

- баллоны с ГСО в комплекте с генератором газовых смесей, например – ГГС-03-03 (для разбавления промежуточной газовой смеси).

Подачу ГС на анализатор осуществляют посредством применения соответствующих фитинговых переходов и редуктора между газовыми баллонами, ротаметром и входом отбираемого газа на анализатор. Расход ГС устанавливают в соответствии с Руководством по эксплуатации. Время подачи определяется продолжительностью, равной не менее утроенного номинального времени установления показаний.

Время установления показаний отображено в таблице 2 настоящей МП-758/11-2023.

Фиксируют установившиеся значения показаний на дисплее анализатора.

10.1.2 Значение приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности измерений (γ , %) анализатора, рассчитывают по формуле

$$\gamma = \frac{C_i - C_i^{\partial}}{C_v} \cdot 100 \% \quad (1)$$

где C_i – результат измерений анализатором содержания определяемого компонента, млн^{-1} (ppm).

C_i^{∂} – действительное значение содержания определяемого компонента в i -ой ГС, млн^{-1} (ppm).

C_v – значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхнему значению диапазона измерений объемной доли, млн^{-1} (ppm).

10.1.3 Результат операции поверки считать положительным, если диапазон измерений соответствует диапазону измерений анализатора, а полученные значения погрешности во всех точках поверки не превышают пределов, указанных в таблице 1 настоящей МП-758/11-2023.

10.2 Определение времени установления показаний

10.2.1 Определение времени установления показаний допускается проводить одновременно с определением приведенной погрешности по п. 10.1.1 при подаче ГС №1 и ГС №3 в следующем порядке:

1) подать на анализатор ГС № 3, зафиксировать установившееся значение показаний анализатора;

2) рассчитать значение, равное 0,9 от показаний анализатора, полученных в п. 1);

3) подать на анализатор ГС № 1, дождаться установления показаний анализатора (отклонение показаний от нулевых не должно превышать 0,5 в долях от пределов допускаемой погрешности), затем, не подавая ГС на анализатор продуть газовую линию ГС № 3 в течение не менее 3 мин, подать ГС на анализатор и включить секундомер. Зафиксировать время достижения показаниями анализатора значения, рассчитанного на предыдущем шаге.

10.2.2 Результат проверки считать положительным, если время установления показаний не превышает предела, указанного в таблице 2 настоящей МП-758/11-2023.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, составленным в произвольной форме и содержащим результаты по разделам 7, 8, 9, 10 настоящей методики поверки.

11.2 Сведения о результатах поверки анализаторов передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений, предусмотренным частью 3 статьи 20 Федерального закона № 102-ФЗ.

11.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке по установленной форме, соответствующей действующему законодательству.

11.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признается непригодным к применению. Сведения об отрицательных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений в соответствии с действующим законодательством.

Ведущий инженер по метрологии

Стажер



Г.С. Володарская

П.А. Беляева

Технические характеристики ГС, используемых при проведении поверки

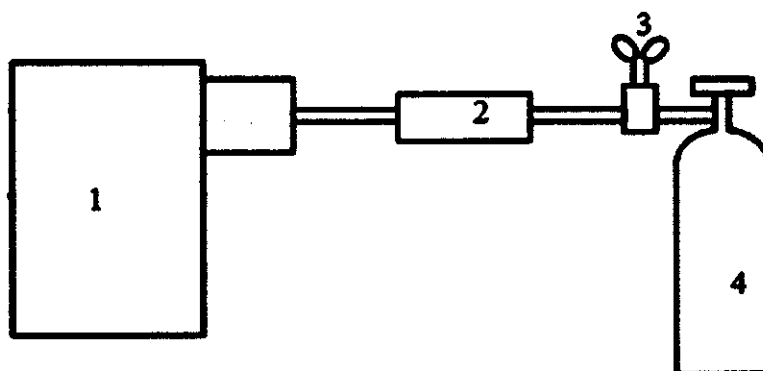
Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли, млн ⁻¹ (ppm)	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения			Пределы допускаемой основной погрешности аттестации, разряд	Номер ГС по реестру ГСО или Источник ГС ²⁾
		ГС №1	ГС №2	ГС №3		
Кислород (O ₂)	от 0 до 1000	ПНГ-азот ¹⁾	-	-	1 разряд	ГСО 11047-2018
		-	500 млн ⁻¹ (ppm) ± 5 % отн.	-		
		-	-	950 млн ⁻¹ (ppm) ± 5 % отн.		

1) Азот о.ч. сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
2) В качестве источника ГС могут быть использованы баллоны с ГСО в комплекте с генератором газовых смесей ГГС-03-03

2) В качестве источника ГС могут быть использованы баллоны с ГСО в комплекте с генератором газовых смесей ГГС-03-03.

Приложение Б

(обязательное)



- 1 – анализатор;
- 2 – ротаметр (индикатор расхода),
- 3 – редуктор;
- 4 – источник ГС (баллон с ГС или генератор).

Рисунок Б.1 – Рекомендуемая схема подачи ГС на вход анализатора