

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Согласовано:

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

Константина Собина

2025 г.

**«ГСИ. Газоопределители химические и трубы индикаторные ГХ-Е.
Методика поверки»**

МП 21-221-2025

Екатеринбург
2025

Предисловие

- 1 Разработана: Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)
- 2 Исполнитель: М.В. Шипицына, ведущий инженер УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
- 3 Согласована: УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	5
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8 Внешний осмотр средства измерений	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
11 Оформление результатов поверки	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на газоопределители химические и трубы индикаторные ГХ-Е (далее – газоопределители и трубы индикаторные) и устанавливает методы и средства первичной поверки. Поверка газоопределителей и трубок индикаторных должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость газоопределителей и трубок индикаторных к государственному первичному эталону ГЭТ 154 «Государственному первичному эталону единиц 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 Росстандарта от 31.12.2020 № 2315.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки газоопределителей и трубок индикаторных, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственной поверочной схемой, указанной в пункте 1.2 настоящей методики. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений массовой концентрации (объемной доли) определяемых компонентов, мг/м ³ (%): - ГХ-Е СО-0,25 - ГХ-Е СО-5 - ГХ-Е СО ₂ -2 - ГХ-Е NO+NO ₂ -0,005 - ГХ-Е SO ₂ -0,007 - ГХ-Е H ₂ S-0,0066 - ГХ-Е CH ₂ O-1,5 - ГХ-Е C ₃ H ₄ O-1,0	от 6,0 до $3,1 \cdot 10^3$ (от 0,0005 до 0,25) от $2,9 \cdot 10^3$ до $6,2 \cdot 10^4$ (от 0,25 до 5,00) от $4,6 \cdot 10^3$ до $3,9 \cdot 10^4$ (от 0,25 до 2,00) от 2 до $1 \cdot 10^2$ (от 0,0001 до 0,005) от 5 до $2 \cdot 10^2$ (от 0,0002 до 0,007) от 4 до $1 \cdot 10^2$ (от 0,0003 до 0,0066) от 0,25 до 1,50 (от $1,9 \cdot 10^{-5}$ до $12,0 \cdot 10^{-5}$) от 0,1 до 1,0 (от $4,0 \cdot 10^{-6}$ до $43,0 \cdot 10^{-6}$)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации (объемной доли) определяемых компонентов, %: - ГХ-Е СО-0,25 - ГХ-Е СО ₂ -2 - ГХ-Е NO+NO ₂ -0,005 - ГХ-Е SO ₂ -0,007 - ГХ-Е H ₂ S-0,0066 - ГХ-Е CH ₂ O-1,5 - ГХ-Е C ₃ H ₄ O-1,0	±25
Пределы допускаемой приведенной к верхнему пределу измерений погрешности измерений массовой концентрации (объемной доли) оксида углерода ГХ-Е СО-5, %	±15
Пределы допускаемой относительной (приведенной) погрешности аспиратора, %*	±5

*Определяется в соответствии с методикой поверки аспиратора утвержденного типа, входящего в состав газоопределителя и трубок индикаторных.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы¹:

Приказ Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах.

Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением» (утверждены приказом Ростехнадзора от 15.12.2020 № 536).

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке.

ГОСТ Р 50779.12-2021 Статистические методы. Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при первичной поверке	Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которыми выполняется операция поверки
Внешний осмотр	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	10

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, газоопределитель и трубы индикаторные бракуются.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25;
- относительная влажность окружающей среды, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику, эксплуатационную документацию на газоопределители и трубы индикаторные и средства поверки, правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

¹При пользовании настоящим документом 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 настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
9	Средство измерений температуры окружающей среды: диапазон измерений от 15 °C до 25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 °C	Прибор комбинированный «ТКА-ПКМ», рег. № 24248-09
	Средство измерений относительной влажности окружающей среды: диапазон измерений от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±5 %	
	Средство измерений атмосферного давления: диапазон измерений от 84 до 106 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,2 кПа	
	Средство измерений интервалов времени, диапазон измерений от 0,01 до 60 с	
10	Рабочие эталоны 1 или 2 разряда в соответствии с приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 в диапазоне от $4,0 \cdot 10^{-6} \%$ до 5 %	ГСО 10597-2015 (CO - азот) ГСО 10597-2015 (NO - азот) ГСО 10597-2015 (CO ₂ - азот) ГСО 10597-2015 (SO ₂ - азот) ГСО 10597-2015 (H ₂ S - азот) ГСО 10598-2015 (NO - азот) ГСО 10598-2015 (SO ₂ - азот) ГСО 10598-2015 (H ₂ S - азот) Генератор газовых смесей ГГС, рег. № 45189-10 Источник микропотоков газов и паров ИМ-ГП-176-М-А2 (акролеин), рег. № 68336-17 Источник микропотоков газов и паров ИМ-ГП-94-М-А2 (формальдегид), рег. № 68336-17

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, данные об их поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ ОЕИ), стандартные образцы (далее – СО) должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин проверяемому средству измерений согласно соответствующей государственной поверочной схеме.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в эксплуатационной документации на газоопределители и трубы индикаторные и средства поверки.

7.2 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», утвержденным приказом Ростехнадзора от 15.12.2020 № 536.

7.3 Все операции по поверке газоопределителей и трубок индикаторных проводят под вытяжкой при непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляции.

7.4 Запаянные концы трубок индикаторных отламывают осторожно, чтобы избежать порезов и попадания осколков стекла в глаза, а при подключении трубы индикаторной к аспиратору и при отсоединении ее от аспиратора, держат трубку индикаторную как можно ближе к концу, вставляемому в гнездо аспиратора, избегая при этом сильного нажима на трубку индикаторную и сдавливания ее руками.

7.5 При попадании индикаторной массы из трубы индикаторной на открытые участки кожи, необходимо стряхнуть крупинки и промыть кожу под струей воды.

7.6 Отработанные трубы индикаторные сдают лицу, ответственному за их учет, хранение и утилизацию на предприятии-изготовителе.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить соответствие газоопределителя и трубок индикаторных следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида газоопределителя и трубок индикаторных сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности сведениям, приведенным в описании типа;
- наличие маркировки;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность газоопределителя и трубок индикаторных;
- наличие сведений о поверке в ФИФ ОЕИ, подтверждающей положительные результаты поверки аспиратора утвержденного типа, входящего в состав газоопределителя и трубок индикаторных.

8.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью средств поверки в соответствии с таблицей 3.

9.2 Перед проведением поверки выполнить подготовительные работы, указанные в руководстве по эксплуатации газоопределителей и трубок индикаторных и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 Перед проведением поверки газоопределители и трубы индикаторные выдержать в условиях по 4 настоящей методики не менее 2 ч, а баллоны с СО выдержать в условиях по 4 настоящей методики не менее 24 ч.

9.4 СО непосредственно перед применением отобрать из баллонов в герметичные мешки для отбора и хранения проб газа, предварительно промытые используемым СО. Мешок для отбора и хранения проб газа герметизировать любым удобным способом, например, с помощью пружинного зажима для тонкостенных резиновых трубок.

9.5 Для поверки газоопределителей с трубками индикаторными ГХ-Е СН₂O-1,5 и ГХ-Е С₃H₄O-1,0 использовать газовые смеси (далее - ГС), приготовленные генератором газовых смесей в комплекте с источниками микропотоков газов и паров в соответствии с их эксплуатационной документацией. ГС, приготовленные генератором газовых смесей, отобрать в герметичные мешки для отбора и хранения проб газа, предварительно промытые используемой ГС. Мешок для

отбора и хранения проб газа герметизировать любым удобным способом, например, с помощью пружинного зажима для тонкостенных резиновых трубок.

9.6 Время от начала отбора СО или ГС в мешок для отбора и хранения проб газа до окончания их использования для поверки не должно превышать 3 ч.

9.7 При опробовании визуально проверить герметичность аспиратора. Сжать сильфон аспиратора до упора и заглушить отверстие для подключения трубок индикаторных.

9.8 Результаты опробования считать положительными, если по истечении 1 мин высота сжатого сильфона аспиратора не изменилась.

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

10.1 Партию газоопределителей и трубок индикаторных формируют из продукции, изготовленной в одну смену, с использованием одновременно приготовленной индикаторной массы, в количестве не более 6000 шт. трубок индикаторных на каждый определяемый компонент.

10.2 Вид поверки – выборочный. Отбор коробок с трубками индикаторными и трубок из них из каждой предоставляемой к поверке партии проводят методом случайного отбора выборок штучной продукции в соответствии с ГОСТ Р 50779.12.

10.3 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации (объёмной доли) определяемого компонента газоопределителями с трубками индикаторными: ГХ-Е СО-0,25; ГХ-Е СО₂-2; ГХ-Е NO+NO₂-0,005; ГХ-Е SO₂-0,007; ГХ-Е H₂S-0,0066 и приведенной к верхнему пределу измерений погрешности измерений массовой концентрации (объёмной доли) оксида углерода ГХ-Е СО-5 провести путем сравнения результата измерений газоопределителя конкретной модификации с аттестованным значением массовой концентрации (объёмной доли) определяемого компонента, указанным в паспорте СО. Для газоопределителей с трубками индикаторными ГХ-Е CH₂O-1,5 и ГХ-Е C₃H₄O-1,0 сравнить их показания со значением массовой концентрации (объёмной доли) газового компонента в ГС, приготовленной с использованием генератора газовых смесей.

10.4 Измерение массовой концентрации (объёмной доли) газового компонента провести в трех точках диапазона измерений газоопределителей конкретной модификации: (0-20) %, (30-60) %, (80-100) %.

10.5 Вскрыть трубку индикаторную с соответствующим условным обозначением, отломывая оба ее конца с помощью отверстия в подвеске аспиратора (или другим способом), и вставить трубку индикаторную в гнездо аспиратора стрелкой к аспиратору. К свободному концу трубы индикаторной подсоединить мешок для отбора и хранения проб газа с отобранным СО или ГС. Снять зажим с мешка, аспиратор сжать до упора и отпустить. Окончание просасывания СО или ГС через трубку индикаторную определить визуально по натяжению цепочек аспиратора и резкому смещению рычага, к которому крепится цепочка.

10.6 Для газоопределителей и трубок индикаторных ГХ-Е СО-0,25 (для измерений по шкале n=10, где n – количество сжатий сильфона аспиратора); ГХ-Е NO+NO₂-0,005; ГХ-Е SO₂-0,007; ГХ-Е H₂S-0,0066; ГХ-Е CH₂O-1,5 сделать десять сжатий сильфона аспиратора, при этом общее количество пропущенного через трубку индикаторную СО или ГС составляет 1000 см³. Для газоопределителей и трубок индикаторных ГХ-Е СО-0,25 (для измерений по шкале n=1) и ГХ-Е СО-5 сделать одно сжатие сильфона аспиратора, при этом количество пропущенного через трубку индикаторную СО составляет 100 см³. Для газоопределителя и трубок индикаторных ГХ-Е C₃H₄O-1,0 с подсоединенными к ней диазотирующим патроном сделать одно сжатие сильфона аспиратора (количество пропущенного через диазотирующий патрон и трубку индикаторную окружающего воздуха составляет 100 см³). Затем, отсоединив диазотирующий

патрон, сделать еще десять сжатий сильфона аспиратора (количество пропущенной через трубку индикаторную ГС составляет 1000 см³). Для газоопределителей и трубок индикаторных ГХ-Е СО₂-2 сделать два сжатия сильфона аспиратора, при этом количество пропущенной через трубку индикаторную газовой смеси составляет 200 см³.

10.7 Надеть зажим на мешок для отбора и хранения проб газа и отсоединить от него трубку индикаторную, отсоединить трубку индикаторную от аспиратора. Концентрацию измеряемого компонента определить по шкале, нанесенной на трубку индикаторную или по шкале, нанесенной на коробку с трубками индикаторными. Если граница окрашенной части индикаторного слоя в трубке индикаторной неровная, то для расчета использовать среднее значение длины прореагированного слоя. Измерения проводят не менее 5 раз в каждой точке диапазона измерений газоопределителя и трубок индикаторных .

10.8 Для измерений объемной доли оксида углерода трубками индикаторными ГХ-Е СО-0,25 (n=10) разделить отсчет показаний по шкале на 1000 при объеме пропущенного через трубку индикаторную СО 1000 см³. Для определения объемной доли оксида углерода трубками индикаторными ГХ-Е СО-0,25 (n=1) разделить отсчет показаний по шкале на 100 при объеме пропущенного через трубку индикаторную СО 100 см³. Для определения объемной доли суммы оксидов азота трубками индикаторными ГХ-Е NO+NO₂-0,005; диоксида серы трубками индикаторными ГХ-Е SO₂-0,007; сероводорода трубками индикаторными ГХ-Е H₂S-0,0066 разделить отсчет показаний по шкале на 10000 при объеме пропущенного через трубку индикаторную СО 1000 см³. Для определения объемной доли диоксида углерода трубками индикаторными ГХ-Е СО₂-2 снять показания по шкале, которые соответствуют объемной доле диоксида углерода.

10.9 Для измерения массовой концентрации акролеина трубку индикаторную на акролеин ГХ-Е C₃H₄O-1,0 использовать в комплекте с диазотирующим патроном (ДП). Для измерений трубкой индикаторной ГХ-Е C₃H₄O-1,0 сломать оба конца трубы и вставить ее в гнездо аспиратора (стрелкой к аспиратору) через короткий переходник. Вскрыть патрон ДП и присоединить его к трубке индикаторной с помощью длинного переходника стрелкой к трубке индикаторной (короткий и длинный переходники вложены в коробку с трубками индикаторными). Произвести просасывание аспиратором 100 см³ окружающего воздуха через ДП и трубку индикаторную (n=1) и отсоединить ДП от трубы. Затем подсоединить свободный конец трубы индикаторной к мешку с ГС, подготовленной с применением генератора газовых смесей, и произвести просасывание через трубку индикаторную 1000 см³ ГС (n=10), и не ранее, чем через 5 мин, провести измерения длины окрашенного индикаторного слоя в трубке индикаторной. Длина окрашенного слоя соответствует массовой концентрации акролеина.

10.10 Для измерения массовой концентрации формальдегида газоопределителем и трубками индикаторными ГХ-Е CH₂O-1,5 снять показания по шкале трубы, учитывая длину окрашенного слоя.

10.11 Относительную погрешность измерений массовой концентрации (объемной доли) определяемого компонента газоопределителя с i-ой трубкой индикаторной при использовании j-ого СО или j-ой ГС (δ_{ij} , %) рассчитать по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{\text{ПГС}j}}{C_{\text{ПГС}j}} \cdot K \cdot 100, \quad (1)$$

где C_{ij} – значение массовой концентрации (объёмной доли) определяемого компонента в j -ом СО или j -ой ГС, измеренное по шкале i -ой трубки индикаторной, $\text{мг}/\text{м}^3$ (%);

$C_{\text{ПГС}j}$ – аттестованное значение массовой концентраций (объёмной доли) компонента, указанное в паспорте j -ой СО, или в j -ой ГС, приготовленной с применением генератора газовых смесей, $\text{мг}/\text{м}^3$ (%);

K – поправочный коэффициент, зависящий от атмосферного давления и температуры воздуха окружающей среды в момент измерений при определении относительной погрешности газоопределителя, который рассчитывается по формуле

$$K = \frac{293 \cdot P_{\text{изм}}}{(273 + t_{\text{изм}}) \cdot 101,3}, \quad (2)$$

где $P_{\text{изм}}$ – атмосферное давление во время измерений, кПа;

$t_{\text{изм}}$ – температура воздуха окружающей среды во время измерений, $^{\circ}\text{C}$.

10.12 Результаты поверки считаются положительными, если относительная погрешность измерений массовой концентрации (объёмной доли) определяемого компонента газоопределителя и трубок индикаторных находится в интервале, указанном в таблице 1 настоящей методики.

10.13 Приведенную к верхнему пределу измерений погрешность измерений массовой концентрации (объёмной доли) оксида углерода газоопределителя с i -ой трубкой индикаторной ГХ-Е СО-5 при использовании j -ой СО (γ_{ij} , %) по формуле

$$\gamma_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{\text{ПГС}j}}{C_B} \cdot K \cdot 100, \quad (3)$$

где C_B – верхнее значение диапазона измерений массовой концентрации (объёмной доли) оксида углерода газоопределителя и трубок индикаторных ГХ-Е СО-5 ($C_B = 6,2 \cdot 10^4 \text{ мг}/\text{м}^3$ или 5 %).

10.14 Результаты поверки считаются положительными, если приведенная к верхнему пределу измерений погрешность измерений массовой концентрации (объёмной доли) оксида углерода газоопределителя и трубок индикаторных ГХ-Е СО-5 находится в интервале, указанном в таблице 1 настоящей методики.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты первичной поверки заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.2 При положительных результатах первичной поверки газоопределитель и трубы индикаторные признают пригодными к эксплуатации, по заявлению владельца газоопределителя и трубок индикаторных или лица, представившего газоопределитель и трубы индикаторные на поверку, оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

11.3 Знак поверки наносится на коробку с трубками индикаторными в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующим на дату поверки нормативным правовым актом в области обеспечения единства измерений.

11.4 При отрицательных результатах первичной поверки хотя бы одной трубы индикаторной из выборки, партию газоопределителя, в состав которого входит эта трубка индикаторная, признают непригодной к эксплуатации и утилизируют всю партию, по заявлению владельца газоопределителя и трубок индикаторных или лица, представившего газоопределитель и трубки индикаторные на поверку, оформляется извещение о непригодности установленной формы.

Ведущий инженер лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



М.В. Шипицына