

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на комплекс аналитический АКГ-Казбек, зав. № 001 (далее – комплекс), и устанавливает методы и средства его первичной поверки до ввода в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации и после ремонта.

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 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) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки комплекса для меньшего числа измерительных каналов.

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 средства измерений	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений 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 погрешности комплекса	да	да	10.1
Определение предела обнаружения	да	да	10.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	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:

- диапазон температуры окружающей среды, °С от +15 до +25
- диапазон атмосферного давления, кПа от 84,0 до 106,7
- диапазон относительной влажности воздуха, % от 30 до 80
- диапазон расхода газовой смеси (для газоанализаторов хроматографических), мл/мин от 50 до 150
- диапазон расхода газовой смеси (для анализатора кислорода и гигрометра), мл/мин от 450 до 550

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с комплексом и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, Приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах» и эксплуатационной документацией на комплекс, 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)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до +25 °С, с абсолютной погрешностью не более ±1 °С; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ±3 %; средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа, с абсолютной погрешностью не более ±0,5 кПа	Прибор комбинированный Testo 622 (пер. № ¹) 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 средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 2 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	ГСО 12331-2023 (H ₂ /Ar, N ₂ /Ar, O ₂ /Ar, CO/Ar, CO ₂ /Ar, CH ₄ /Ar, H ₂ O/Ar) в баллонах под давлением ²⁾ (характеристики ГС приведены в таблице А.1 Приложения А)
	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 0 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	ГСО 12329-2023 (H ₂ /Ar, N ₂ /Ar, O ₂ /Ar, CO/Ar, CO ₂ /Ar, CH ₄ /Ar, H ₂ O/Ar,) в баллонах под давлением ²⁾ (характеристики ГС приведены в таблице А.1 Приложения А)
	Средства измерений интервалов времени, класс точности 3	Секундомер механический СОПпр, рег. № 11519-11
	Редуктор баллонный, максимальное входное давление 250 кгс/см ² , максимальное выходное давление 10 кгс/см ² *	Редуктор БРАГ РДМ 52 производства ООО «Элточприбор»
	Трубка из нержавеющей стали*	Трубка из нержавеющей стали с наружным диаметром 3 мм по ГОСТ 14162-79

¹⁾ Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений

²⁾ Допускается использование стандартных образцов состава 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 комплекса, должно быть не более 1/2.

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

5.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*», должны быть поверены ¹⁾, ГС 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.

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

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

6.4 При работе с чистыми газами и газовыми смесями 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 № 536.

6.5 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие комплекса следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям раздела 5 руководства по эксплуатации;
- соответствие маркировки требованиям раздела 7 руководства по эксплуатации;
- соответствие внешнего вида описанию и изображению, приведенным в описании типа на комплекс;
- комплекс не должен иметь повреждений, влияющих на работоспособность.

7.2 Комплекс 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 поверяемый комплекс и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 24 ч;
- подготовить поверяемый комплекс к работе в соответствии с разделом 10 руководства по эксплуатации;
- подготовить средства поверки и вспомогательные средства к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.3 Опробование

8.3.1 При опробовании проводится проверка функционирования комплекса согласно разделу 11 руководства по эксплуатации.

8.3.2 Результаты опробования считают положительными если:

- по окончании времени прогрева на дисплее персонального компьютера и средств измерений, входящих в состав комплекса, отображается измерительная информация;
- отсутствует сигнализация об отказах.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО комплекса;
- номер версии встроенного ПО газоанализаторов хроматографических, входящих в состав комплекса, отображается в верхней части дисплея газоанализаторов на вкладке «Main»;

- номер версии встроенного ПО анализатора кислорода и гигрометра, входящих в состав комплекса, отображается на вкладке «About» в пункте «Software Version»;
- автономное ПО P9KChrom идентифицируется по номеру версии на вкладке «Main»;
- автономное ПО Gas-CRDS идентифицируется по номеру версии на вкладке «О программе»;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в таблицах Б.1 и Б.2 Приложения Б.

Результаты проверки считают положительными, если полученные идентификационные данные ПО соответствуют данным, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в Таблицах Б.1 и Б.2 Приложения Б.

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

10.1 Определение погрешности комплекса

Определение погрешности комплекса проводится при поочередной подаче ГС на вход комплекса в последовательности №№ 1 – 2 – 3 и считывании показаний с дисплея средства измерений, входящего в состав комплекса, по соответствующему измерительному каналу.

Значение абсолютной погрешности Δ_i , объемная доля, млн⁻¹, рассчитывают для *i*-ой ГС по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_{i0}, \quad (1)$$

где C_i - результат измерений объемной доли определяемого компонента при подаче *i*-ой ГС, млн⁻¹;

C_{i0} - действительное значение объемной доли определяемого компонента в *i*-ой ГС, млн⁻¹.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения абсолютной погрешности не превышают пределов допускаемой абсолютной погрешности, приведенных в таблице Б.3 Приложения Б для соответствующего определяемого компонента.

10.2 Определение предела обнаружения

Определение предела обнаружения газоанализаторов хроматографических проводят с использованием петли объемом 2,0 см³ (для определяемых компонентов Н₂, СО), 1,8 см³ (для определяемого компонента N₂), 8,0 см³ (для определяемых компонентов СН₄, СО₂) в следующем порядке:

1) на вход газоанализаторов хроматографических, входящих в состав комплекса, подают ГС с содержанием определяемого компонента не более верхнего предела диапазона измерений комплекса;

2) измеряют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала на участке хроматограммы, предшествующем выходу определяемого компонента. Уровень флуктуационных шумов Δ_x , выраженный в относительных единицах, принимают равным максимальной амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с (при этом единичные выбросы не учитываются);

3) по хроматограмме измеряют выходной сигнал – амплитуду пика определяемого компонента L , выраженную в относительных единицах;

4) предел детектирования, млрд⁻¹, вычисляют по формуле:

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot C_i}{L}, \quad (2)$$

где C_i - объемная доля определяемого компонента в ГС, поданной на вход комплекса, указанная в паспорте ГС, млрд⁻¹.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения предела обнаружения не превышают значений, приведенных в таблице Б.3 Приложения Б для соответствующего определяемого компонента.

10.3 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям
Комплекс признают соответствующим метрологическим требованиям, если

- результаты проверок по п.п. 7 и 8 положительные;
- результаты проверок по п.п. 9, 10.1, 10.2 соответствуют требованиям, приведенным в Приложении Б.

11 Оформление результатов поверки

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

11.2 Комплекс, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений с указанием сведений об объеме проведенной поверки, по заявлению владельца комплекса или лица, представившего комплекс 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 комплекса или лица, представившего комплекс 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 газовых смесей (ГС), используемых при поверке

Таблица А.1 – Характеристики газовых смесей (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			Относительная погрешность аттестации, %	Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС ¹⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3		
Водород (H ₂)	от 0 до 5	0,5 ± 100 % отн.			±5	ГСО 12329-2023 (состав водород - аргон)
			2,5 ± 50 % отн.	3,35 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав водород - аргон)
Азот (N ₂)	от 0 до 5	0,5 ± 100 % отн.			±5	ГСО 12329-2023 (состав азот - аргон)
			2,5 ± 50 % отн.	3,35 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав азот - аргон)
Кислород (O ₂)	от 0 до 5	0,5 ± 100 % отн.			±5	ГСО 12329-2023 (состав кислород - аргон)
			2,5 ± 50 % отн.	3,35 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав кислород - аргон)
Оксид углерода (СО)	от 0 до 5	0,5 ± 100 % отн.			±5	ГСО 12329-2023 (состав оксид углерода - аргон)
			2,5 ± 50 % отн.	3,35 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав оксид углерода - аргон)

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли, млн ⁻¹	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹			Относительная погрешность аттестации, %	Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС ¹⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3		
Диоксид углерода (CO ₂)	от 0 до 5	0,5 ± 100 % отн.			±5	ГСО 12329-2023 (состав диоксид углерода - аргон)
			2,5 ± 50 % отн.	3,35 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав диоксид углерода - аргон)
Метан (CH ₄)	от 0 до 5	0,5 ± 100 % отн.			±5	ГСО 12329-2023 (состав метан - аргон)
			2,5 ± 50 % отн.	3,35 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав метан - аргон)
Пары воды (H ₂ O)	от 0 до 4	0,5 ± 100 % отн.			±2,5	ГСО 12329-2023 (состав вода - аргон)
			1,9 ± 50 % отн.	2,7 ± 50 % отн.	±7	ГСО 12331-2023 (состав вода - аргон)

Примечание - Изготовители и поставщики ГС - предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

Приложение Б
(обязательное)

Таблица Б.1 – Идентификационные данные встроенного ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	Средство измерений, входящее в состав комплекса	Газоанализаторы хроматографические Paramount 9000	Анализатор кислорода поточный Puren-T O2
Идентификационное наименование ПО	Прошивка Paramount 9000R	Прошивка Puren-T H2O	Прошивка Puren-T H2O
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.236	2.40.4	2.41.4

Таблица Б.2 – Идентификационные данные автономного ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	Идентификационное наименование ПО	P9KChrom	Gas-CRDS (для анализатора кислорода)
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.198	2.40.4	2.41.4
Цифровой идентификатор ПО	4D173C0B, алгоритм CRC32	71434c853661a425a9cdec5429afc591, алгоритм MD5	71434c853661a425a9cdec5429afc591, алгоритм MD5

Таблица Б.3 – Диапазоны измерений и пределы допускаемой погрешности

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, млн ⁻¹	Предел обнаружения, объемная доля определяемого компонента, млрд ⁻¹	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, млн ⁻¹
Водород (H ₂)	от 0 до 5	0,50	±(C _п + 0,15·C _{изм})*
Азот (N ₂)	от 0 до 5	0,70	
Кислород (O ₂)	от 0 до 5	0,60	
Оксид углерода (CO)	от 0 до 5	0,50	
Диоксид углерода (CO ₂)	от 0 до 5	0,50	
Метан (CH ₄)	от 0 до 5	0,50	
Пары воды (H ₂ O)	от 0 до 4	0,30	

* C_{изм} – результат измерений объемной доли определяемого компонента, млн⁻¹.
C_п – значение предела обнаружения для соответствующего определяемого компонента, объемная доля, млрд⁻¹