

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГУП "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"**



Н.В. Иванникова

" 23 " декабря 2020 г.

**Государственная система обеспечения
единства измерений**

Анализаторы газов Brimstone

Методика поверки

МП 205-22-2020

**г. Москва
2020 г.**

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на анализаторы газов Brimstone (далее - анализаторы), изготовленные фирмой «Galvanic Applied Sciences Inc.», Канада, для эксплуатации на территории РФ, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок, а также обеспечивает прослеживаемость поверяемого СИ к ГПЭ единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 (ГПС для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденная Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315).

После установки СИ на место эксплуатации и выполнения пуско-наладочных работ, а также после ремонта выполняют поверку.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при проведении поверки:	
		Первичной	Периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Проверка ПО	7.3	Да	Да
Опробование	7.4	Да	Да
Определение метрологических характеристик	7.5	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8	Да	Да

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

2.3 При проведении периодической поверки анализаторов с опцией измерений объемной доли карбонилсульфида COS и/или сероуглерода CS₂ допускается проведение ограниченной поверки (только для сероводорода H₂S и диоксида серы SO₂) на основании письменного заявления лица, представляющего СИ на поверку.

2.4 Поверка анализатора выполняется в диапазоне измерений в соответствии с заводскими настройками.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25
- относительная влажность, % От 30 до 80
- атмосферное давление, кПа От 85 до 106

3.2 Поверка выполняется по месту эксплуатации СИ или в специализированной лаборатории, обеспеченной необходимыми для подключения анализаторов средствами, а также средствами безопасной работы с токсичными газами.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднетехническое образование, прошедшие инструктаж по технике безопасности и аттестованные в качестве поверителя.

4.2 К операциям, выполняемым непосредственно с анализатором на месте эксплуатации (ввод в эксплуатацию, включение, управление анализатором, подключение и переключение коммуникаций, подключение баллонов с ПГС и прочее) допускаются сервис-инженеры или операторы, обслуживающие СИ и имеющие допуск к выполнению работ.

4.3 При выполнении работ в помещении должно присутствовать не менее двух человек, включая поверителя.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2

Номер пункта поверки	Наименование средств поверки, номер документа, регламентирующего требования к средствам поверки, метрологические и технические характеристики
7.1 - 7.5	Барометр-анероид БАММ-1 (рег. № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа. Термогигрометр TESTO мод. 608-H1, (рег. № 53505-13) диапазон измерений температуры от 0 до 50 °С, абс. погрешн. $\pm 0,5$ °С, диапазон измерений относительной влажности от 15 % до 85 %, абс. погрешн. $\pm 3\%$.
7.2, 7.4 - 7.5	Рабочий эталон 1 разряда в соответствии с поверочной схемой* - генератор газовых смесей ГГС (ГГС-Р, ГГС-К или ГГС-03-03) (рег. № 62151-15). Государственные стандартные образцы состава газовых смесей 2-го разряда в соответствии с поверочной схемой* в баллонах под давлением: № 10538-2014 SO ₂ /азот, H ₂ S/азот, CS ₂ /азот, COS/азот. Ротаметр с местными показаниями РМ-А-0,1 ГУЗ (рег. № 19325-12), класс точности 4. Редуктор баллонный для чистых газов, включая активные газы с регулятором расхода, тип GCE Druva FMD 320-18 или аналог, нержавеющая сталь, входное давление не менее 15 МПа (150 бар). Азот особой чистоты в баллоне под давлением по ГОСТ 9293-74.
Примечание. * - ГПС для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденная Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664).	

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью, в том числе, допускается применение ГСО состава газовых смесей аналогичного состава других производителей (с другими регистрационными номерами), других генераторов газовых смесей утвержденного типа, обеспечивающих приготовление ПГС с требуемыми метрологическими характеристиками (Приложение 1). Допускается в качестве ПГС применять ГСО газовых смесей в баллонах без применения устройств разбавления (генераторов).

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО - действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности:

- при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75;
- при работе с электроустановками - по ГОСТ Р 12.1.019-2009 , ГОСТ 12.2.007.0-75 и

Правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденными приказом Минтруда России от 15.12.2020 N 903н;

- при использовании газовых смесей в баллонах под давлением - в соответствии с Федеральными нормами и правилами в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденными приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. №116;

- при работе с токсичными газами - в соответствии с Правилами по охране труда при использовании отдельных видов химических веществ и материалов, утвержденными приказом Минтруда России от 27.11.2020 N 834;

- а также иные правила безопасности, при работе с поверяемыми средствами измерений и средствами поверки в соответствии с разделами РЭ или инструкциями по применению, правилами безопасности, действующими на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и средствами, обеспечивающими сброс использованных ПГС в технологические потоки или их обезвреживание в соответствии с действующими на предприятии правилами.

6.4 Массовая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.5 Работники, принимающие участие в поверке, должны быть обучены правилам безопасной работы, быть обеспечены средствами защиты – противогазами, сигнализаторами токсичных примесей (сероводород, диоксид серы и др.), в воздухе, спецодеждой и пр., проинструктированы на месте о путях эвакуации и других действиях в случае возникновения непредвиденных ситуаций.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр СИ

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие внешнего вида, комплектности и маркировки анализатора технической документации;
- серийный номер;
- наличие руководства по эксплуатации на русском языке.

После снятия крышки отсека печи проверяют наличие штуцера (см. рисунок 2) для подачи калибровочного газа (ПГС). При отсутствии штуцера поверку прекращают, т.к. СИ не предназначено для эксплуатации в РФ.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если внешний вид, маркировка и серийный номер соответствуют заводской документации и описанию типа, имеется в наличии РЭ на русском языке.

7.2 Подготовка к выполнению поверки

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

7.2.1 Подготовка анализатора (рекомендуется руководствоваться документацией: РЭ, инструкцией от производителя, входящими в состав комплекта СИ).

Поверяемый анализатор устанавливают, подключают, производят пуско-наладочные работы, настройку и регламентные работы по полному техническому обслуживанию в соответствии с РЭ (разделы 5 и 6) до начала поверки. Выполнение указанных работ обеспечивает Заказчик. После подключения во время проведения поверки вмешательство в настройку анализатора не допускается.

Выполняют обнуление в ручном режиме п. 4.3.4 РЭ.

Снимают крышку корпуса печи и закрывают впускной клапан образца (клапан № 5 на рисунке 1). Возвращают на место крышку корпуса печи. Перед продолжением работы необходимо убедиться, что температура печи вновь стабилизируется на уровне 150 °С.

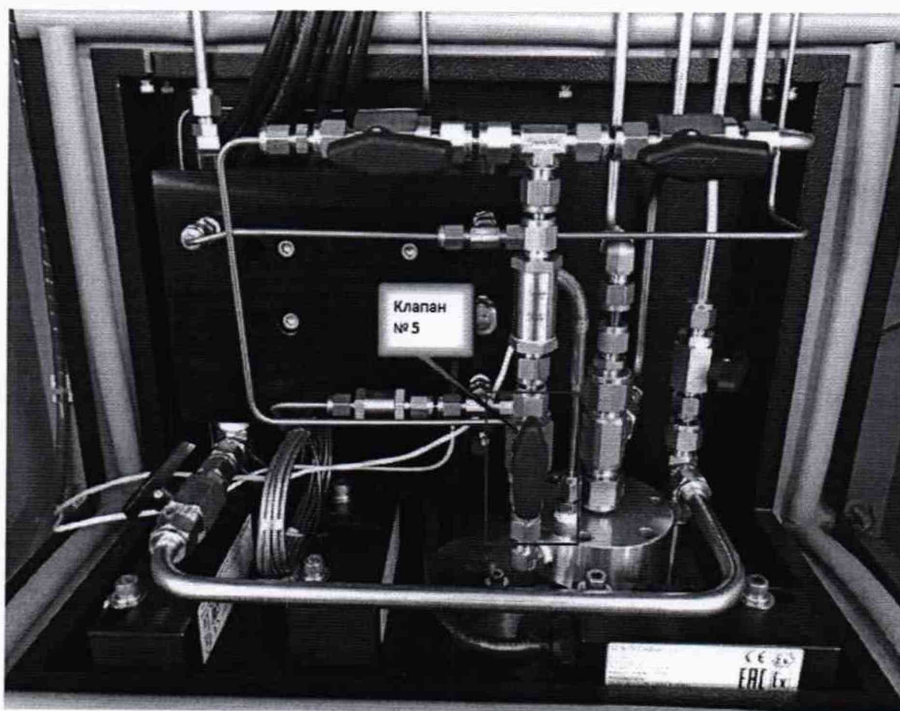


Рисунок 1 - Впускной клапан образца (Клапан № 5)

Закрывают воздушный клапан привода аспиратора (Клапан аспиратора - Aspirator Drive Air Valve) и регулировочный клапан для подачи нулевого газа (Клапан нулевого газа - Zero Gas Adjust Valve), приведенные на рисунке 2.

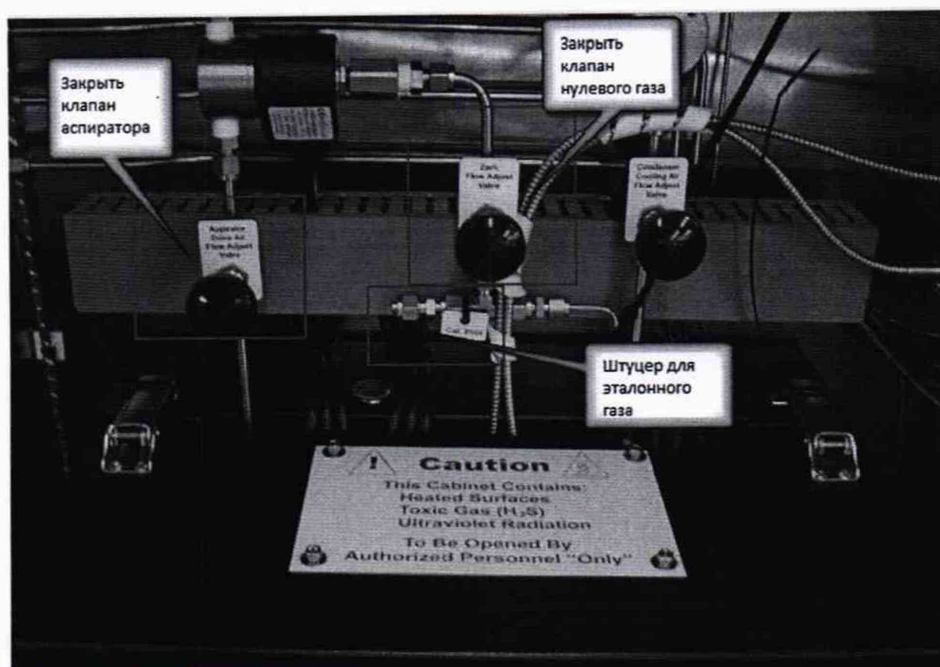


Рисунок 2 - Воздушный клапан привода аспиратора (Клапан аспиратора - Aspirator Drive Air Valve) и регулировочный клапан для подачи нулевого газа (клапан нулевого газа - Zero Gas Adjust Valve), штуцер для подачи эталонной газовой смеси (калибровочного газа).

Штуцер для подачи калибровочного газа (рисунок 2) соединяют с баллоном ПГС или выходом генератора газовых смесей для подачи ПГС с помощью капилляра $\frac{1}{4}$ дюйма из нержавеющей стали или шланга с оплеткой.

При подаче ПГС непосредственно из баллона на баллон устанавливают редуктор с регулятором расхода, соединяют с помощью коммуникаций через ротаметр с входом для калибровочного газа анализатора. Проверяют герметичность соединений, устанавливают выходное давление 0,1 МПа, регулятором расхода устанавливают скорость потока ПГС от 0,5 до 1,0 $\text{дм}^3/\text{мин}$. Параметры подачи для всех ПГС должны быть одинаковыми.

При использовании генератора газовых смесей выход генератора соединяют со штуцером для подачи калибровочного газа. Скорость потока ПГС устанавливают в соответствии с РЭ на генератор. В этом случае ротаметр не требуется.

После завершения поверки отсоединяют коммуникации газовой линии ПГС (калибровочного газа) от штуцера и заглушают его с помощью заглушки. Возвращают в исходное положение (открыть) клапан аспиратора и клапан нулевого газа (рисунок 2), закрытые перед началом поверки. Снимают крышку корпуса печи и открывают впускной клапан № 5 на рисунке 1, закрытый перед началом поверки. Устанавливают снятую крышку корпуса обратно на место.

7.2.2 Устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией.

7.2.3 Приготавливают баллоны с ГСО состава газовых смесей в соответствии с инструкцией, подключают к анализатору.

7.3 Проверка ПО

7.3.1 Идентификационные данные ПО проверяют, входят с помощью клавиатуры анализатора во вкладку «Config» - «Display». Номер версии отображается в правом окне (рисунок 3). Результаты проверки - положительные, если высвечивается номер версии - не ниже 1.14.

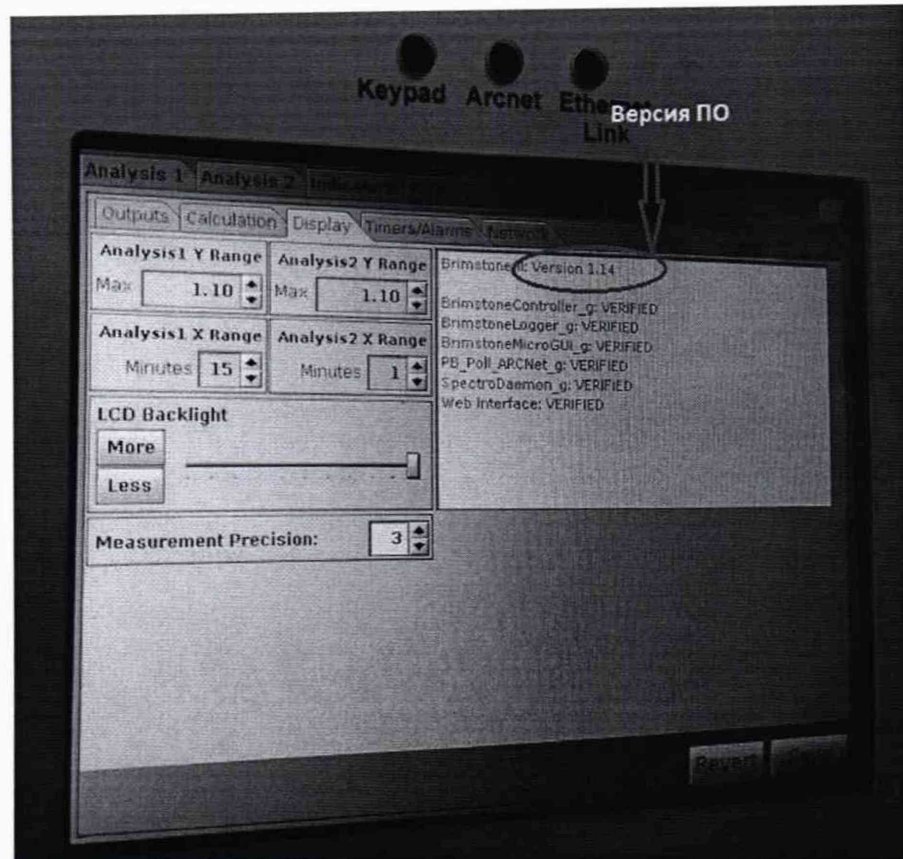


Рисунок 3 – Проверка идентификационных данных ПО

7.4 Опробование

7.4.1 При опробовании включают анализатор в соответствии с инструкцией по эксплуатации, проверяют отсутствие сообщений об ошибках и отказах при прохождении процедуры диагностики состояния прибора, проверяют настройки анализа.

7.4.2 Выполняют пробное измерение с использованием любой из ПГС.

7.4.3 Результаты опробования считают положительными, если сообщения об отказах и неисправностях отсутствуют; отображаются результаты измерений для всех компонентов в соответствии со спецификацией анализатора.

7.5 Определение метрологических характеристик

7.5.1 Определение абсолютной погрешности проводят для каждого определяемого компонента, подают в режиме измерений на вход анализатора (через штуцер для калибровочных газов) поверочные газовые смеси (ПГС по приложению 1) в следующей последовательности: №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3, показания анализатора регистрируют при каждом измерении.

8 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

8.1 Обработка результатов поверки

8.1.1 Значения абсолютной погрешности газоанализатора определяют для каждой ПГС по формуле (1)

$$\Delta = C_u - C_D, \quad (1)$$

где C_u – измеренное значение объемной доли определяемого компонента, %;

C_D – действительное значение объемной доли компонента в ПГС, %.

8.1.2 Полученные значения абсолютной погрешности объемной доли определяемого компонента в соответствующем диапазоне измерений не должны превышать значений, приведенных в Приложении 2 и разделе «Метрологические и технические характеристики» описания типа на средство измерений.

8.2 Результаты проверки метрологических характеристик считают положительными, если все полученные значения абсолютной погрешности соответствуют требованиям, приведенным в приложении 2.

8.3 Результаты поверки считают положительными, если все операции поверки выполнены с положительным результатом.

9 Оформление результатов поверки

9.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

9.2 Средства измерений, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, выдают свидетельство о поверке или оформляют иным способом в соответствии с действующим на момент поверки документом, предусмотренным частью 4 статьи 13 Федерального закона № 102-ФЗ, и утвержденным в соответствующем порядке, устанавливающим порядок проведения и оформления поверки средств измерений.

9.3 На средства измерений, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с документом, устанавливающим порядок оформления результатов поверки.

9.4 Знак поверки наносят в техническую документацию и/или в свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Таблица 1-1 – Поверочные газовые смеси для анализаторов газов Brimstone

Диапазон измерений объемной доли компонента, %	ПГС №	Содержание определяемого компонента в ПГС:		ПГС (примеры)
		действительное значение об. доли, %	пределы допускаемой абсолютной погрешности действ. значения, об. доля, %	
от 0 до 0,50	1	0		Азот о.с.ч
	2	0,25±0,025	±0,025	ГСО 10538-2014 (SO ₂ , COS или CS ₂) + ГГС-03-03
	3	0,475,5±0,025	±0,025	
от 0 до 1,0	1	0		Азот о.с.ч
	2	0,50±0,05	±0,035	ГСО 10538-2014 (H ₂ S) + ГГС-03-03
	3	0,95±0,05	±0,035	
от 0 до 2,50	1	0		Азот о.с.ч
	2	1,25±0,13	±0,1	ГСО 10538-2014 (SO ₂)
	3	2,37±0,13	±0,1	+ ГГС-03-03
от 0 до 5,0	1	0		Азот о.с.ч
	2	2,50±0,25	±0,12	ГСО 10538-2014 (H ₂ S или SO ₂) + ГГС-03-03
	3	4,75±0,25	±0,12	
от 0 до 10,0	1	0		Азот о.с.ч
	2	5,0±0,5	±0,25	ГСО 10538-2014 (H ₂ S) + ГГС-03-03
	3	9,5±0,5	±0,25	ГСО 10538-2014 (H ₂ S)

Приложение 2
(обязательное)

Таблица 2-1 – Метрологические характеристики анализаторов газов Brimstone

Наименование определяемого компонента	Диапазон показаний объемной доли, % ¹⁾	Диапазон измерений объемной доли, % ¹⁾	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, об. доля, % ¹⁾
Сероводород H ₂ S	от 0 до 100	от 0 до 1,00	±0,07
		от 0 до 5,0	±0,35
		от 0 до 10,0	±0,5
Диоксид серы SO ₂	от 0 до 100	от 0 до 0,50	±0,05
		от 0 до 2,5	±0,2
		от 0 до 5,0	±0,25
Карбонилсульфид COS	от 0 до 100	от 0 до 0,50	±0,05
Сероуглерод CS ₂	от 0 до 100	от 0 до 0,50	±0,05
Примечание. ¹⁾ значения могут быть представлены в единицах объемной доли млн ⁻¹ , 1 млн ⁻¹ = 10 ⁻⁴ %.			