

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

«17» мая 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Газоанализаторы Rapidox SF₆ 6100

Методика поверки

МП-242-2448-2021

И.о. руководителя
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области фи-
зико-химических измерений

А.В. Колобова

«17» мая 2021 г.

Старший научный сотрудник

Я.К. Чубченко

«17» мая 2021 г.

г. Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы Rapidox SF₆ 6100 модификации Rapidox SF₆ 6100 Bench, Rapidox SF₆ 6100 Portable, Rapidox SF₆ 6100 Pump Back (далее – газоанализаторы), и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающие реализацию методики поверки - прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведение поверки отдельных измерительных каналов газоанализаторов в соответствии с заявлением владельца газоанализатора, с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 - Перечень операций поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр средства измерений	7	да	да
2. Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8		
3. Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	да
4. Определение метрологических характеристик	10		
4.1 Определение основной погрешности	10.1	да	да
4.2 Определение вариации показаний	10.2	да	да

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды: от +15 до +25 °С;
- атмосферное давление: от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха: от 30 до 80 %.

Допускается проведение поверки газоанализаторов в условиях эксплуатации.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с газоанализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315, эксплуатационной документацией поверяемых газоанализаторов и эталонных средств измерений, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта МП	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
7, 8, 9, 10	Прибор комбинированный Testo-622, регистрационный номер 53505-13 в Федеральном Информационном Фонде
10	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (SF ₆ /воздух)
	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (H ₂ O/N ₂)
	ГСО 10537-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе серосодержащих газов (СС-М-1) (SO ₂ /N ₂)
	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (O ₂ /N ₂)
	Генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-К, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 62151-15
	Манометр деформационный образцовый с условной шкалой типа МО, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 5768-76
	Генератор нулевого воздуха ГНГ-01, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 26765-15

5.2 Допускается применение средств поверки, не указанных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в таблице 2, при выполнении следующих условий:

- номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС из таблицы приложения А;

- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой погрешности поверяемого газоанализатора, должно быть не более 1/3.

5.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке или аттестации; газовые смеси и чистые газы в баллонах под давлением – действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации на газоанализаторы и средства поверки.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС и чистых газов в баллонах под давлением должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением", утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2020 г. № 536.

6.4 Должны соблюдаться "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей".

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре газоанализаторов должно быть установлено:

- а) соответствие внешнего вида описанию типа;
- б) наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа;
- в) контроль соблюдения требований по защите от несанкционированного доступа;
- г) отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки.

Газоанализатор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

8.1.1 Подготавливают газоанализаторы к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации;

8.1.2 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

8.1.3 Подачу ГС от генераторов на вход газоанализатора осуществляют с использованием фторопластовой трубки через тройник;

8.1.4 Выдерживают в помещении, в котором будет проводиться поверка, ГС в баллонах под давлением и средства поверки в течение не менее 24 ч, поверяемый газоанализатор - не менее 3 ч.

8.1.5 Включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.2 При опробовании проводят общую проверку функционирования газоанализатора при включении электрического питания в порядке, описанном в эксплуатационной документации.

Результат опробования считают положительным, если:

- на дисплее газоанализатора отображается измерительная информация и отсутствуют сообщения об отказах;
- органы управления газоанализаторов функционируют.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия ПО газоанализатора проводится путем проверки соответствия ПО газоанализатора тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

Вывод номера версии (идентификационного номера) встроенного ПО осуществляется посредством отображения на дисплее газоанализатора, через меню Menu (Меню) → Options (Опции) → About (О приборе).

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение погрешности

Определение погрешности газоанализатора проводят при поочередной подаче на газоанализатор поверочных газовых смесей в последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3 (номинальные значения содержания определяемых компонентов в ГС приведены в таблице А.1. Приложения А) и считывании показаний с дисплея газоанализатора для каждой ГС в следующем порядке:

1) подсоединяют к входному штуцеру газоанализатора ГС № 1 (от баллона или генератора газовых смесей);

2) устанавливают избыточное давление и расход ГС № 1 в соответствии с указаниями эксплуатационной документации на газоанализатор;

3) фиксируют установившееся значение показаний газоанализатора при подаче ГС (по дисплею);

4) повторяют операции п. 1) - 3) для ГС №№ 2, 3

Значения основной приведенной погрешности γ (% или млн^{-1}) для диапазонов и измерительных каналов, приведенных в таблице Б.1. Приложения Б, рассчитывают для каждой ГС по формуле:

$$\gamma = \frac{X_i - X_d}{X_k} \cdot 100 \quad (1)$$

где:

X_i – показания газоанализатора при подаче ГС, % (млн^{-1});

X_d – действительное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, % (млн^{-1});

X_k – верхний предел диапазона измерений, % (млн^{-1}).

Значения основной абсолютной погрешности (Δ_i) для диапазонов, приведенных в таблице Б.1. Приложения Б, рассчитывают для каждой ГС по формуле:

$$\Delta_i = C_i - C_i^A \quad (2)$$

где

C_i – установившееся показание газоанализатора при подаче i -й ГС, температура точки росы, °С;

C_i^A – действительное значение температура точки росы i -ой ГС, °С.

Результаты определения погрешности газоанализаторов считают положительными, если значения основной абсолютной погрешности газоанализатора в каждой точке поверки, рассчитанные по формуле (2) и значения основной приведенной погрешности газоанализатора в каждой точке поверки, рассчитанные по формуле (1) не превышают значений, приведенных в таблице Б.1. Приложения Б.

10.2 Определение вариации показаний

Определение вариации показаний допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1.

Значение вариации показаний (ϵ_d) для ГС № 2 в долях от пределов основной приведенной погрешности (γ , %), рассчитывают по формуле:

$$\epsilon_d = \frac{X_b - X_m}{X_k \gamma} \cdot 100 \quad (3)$$

где X_b , X_m – измеренное значение объемной доли определяемого компонента в ПГС, % (млн^{-1}) при подходе к точке проверки со стороны больших и меньших значений соответственно.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Газоанализаторы признают соответствующим метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, а результаты проверок по пп. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа газоанализаторов.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении В.

12.2 При положительных результатах поверки газоанализатор признают пригодным к применению, сведения о результатах поверки, передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца газоанализатора или лица, представившего его на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы и протокол поверки.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении) и/или в паспорт.

12.3 При отрицательных результатах поверки газоанализатор признают непригодным к применению, сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца газоанализатора или лица, представившего его на поверку, выдают извещение о непригодности к применению средства измерений установленной формы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Таблица А.1 – Характеристики газовых смесей, используемых при поверке газоанализаторов Rapidox SF₆ 6100 модификации Rapidox SF₆ 6100 Bench, Rapidox SF₆ 6100 Portable, Rapidox SF₆ 6100 Pump Back

Измеряемая величина	Диапазон измерений	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения			Источник получения ГС
		ГС №1	ГС №2	ГС №3	
Объемная доля гексафторида серы (элегаза, SF ₆)	от 0 % до 100 %	5 % ± 5 %	50 % ± 5 %	95 % ± 5 %	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (SF ₆ /воздух), генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-К, генератор нулевого воздуха ГНГ-01
Температура точки росы	от -60 °С до -5 °С	-50 °С ± 5 °С	-30 °С ± 5 °С	-10 °С ± 5 °С	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (H ₂ O/воздух), манометр деформационный образцовый с условной шкалой типа МО, генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-К
Объемная доля диоксида серы (SO ₂)	от 0 до 100 млн ⁻¹	5 млн ⁻¹ ± 5 млн ⁻¹ ₁	50 млн ⁻¹ ± 5 млн ⁻¹	95 млн ⁻¹ ± 5 млн ⁻¹	ГСО 10537-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе серосодержащих газов (СС-М-1) (SO ₂ /N ₂), генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-К, генератор нулевого воздуха ГНГ-01
	от 0 до 500 млн ⁻¹	25 млн ⁻¹ ± 25 млн ⁻¹	250 млн ⁻¹ ± 25 млн ⁻¹	475 млн ⁻¹ ± 25 млн ⁻¹ ₁	
Объемная доля воздуха	от 0 до 100 %	5 % ± 5 %	50 % ± 5 %	95 % ± 5 %	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (O ₂ /N ₂) ¹⁾ , генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-К

¹⁾ Пересчет значений объемной доли кислорода $X_{\text{кислород}}$, %, в объемную долю воздуха $X_{\text{возд}}$, %, проводят по формуле $X_{\text{возд}} = 4,774 * X_{\text{кислород}}$

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики газоанализаторов Rapidox SF₆ 6100 модификации Rapidox SF₆ 6100 Bench, Rapidox SF₆ 6100 Portable, Rapidox SF₆ 6100 Pump Back

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объемной доли гексафторида серы, %	от 0 до 100
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли гексафторида серы, %	±0,5
Диапазон показаний температуры точки росы, °С	от -60 до +20
Диапазон измерений температуры точки росы, °С	от -60 до -5
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры точки росы, °С	±2
Диапазон измерений объемной доли диоксида серы ²⁾ , млн ⁻¹	от 0 до 100 от 0 до 500
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли диоксида серы, %, в диапазоне от 0 до 100 млн ⁻¹	±15
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли диоксида серы, %, в диапазоне от 0 до 500 млн ⁻¹	±5
Диапазон измерений объемной доли воздуха, %	от 0 до 100
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли воздуха, %	±5
Предел допускаемой вариации показаний, в долях от предела допускаемой основной погрешности	0,5
Диапазон показаний объемной доли тетрафторида углерода ³⁾ , %	от 0 до 60
Диапазон показаний объемной доли фтороводорода ³⁾ , млн ⁻¹	от 0 до 10
Диапазон показаний объемной доли монооксида углерода ³⁾ , млн ⁻¹	от 0 до 100
Диапазон показаний объемной доли сероводорода ³⁾ , млн ⁻¹	от 0 до 100
Пределы допускаемой дополнительной погрешности газоанализатора от изменения температуры окружающей среды относительно нормальных условий измерений, в долях основной погрешности	±0,5
Пределы допускаемой дополнительной погрешности газоанализатора от изменения относительной влажности относительно нормальных условий измерений, в долях основной погрешности	±0,1
Пределы допускаемой дополнительной погрешности от влияния содержания неизмеряемых компонентов (диоксид углерода), в долях основной погрешности	±0,17
Нормальные условия измерений -температура окружающей среды, °С -атмосферное давление, кПа -относительная влажность, %	от +15 до +25 от 84 до 106 от 30 до 80
¹⁾ Приведенная к верхнему пределу диапазона измерений	
²⁾ Диапазон измерений объемной доли диоксида серы определяется при заказе газоанализаторов	
³⁾ Пределы допускаемой погрешности не нормируются	

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Рекомендуемая форма протокола поверки
Протокол поверки
от _____
(дата поверки)

Наименование СИ	
Зав. №	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования МП	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Средства поверки

(наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/аттестации)

Внешний осмотр средства измерений

(результаты внешнего осмотра средства измерений)

Подготовка к поверке и опробование средства измерений

(результаты подготовки к поверке и опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений

(результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик средства измерений

(результаты определения метрологических характеристик средства измерений)