

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

«13» июня 2023 г.


ГСИ. Газоанализаторы DULO 3-038R-R313 V2-B. Методика поверки
МП-242-2539-2023

Руководитель научно-исследовательского
отдела государственных эталонов в обла-
сти физико-химических измерений


А.В. Колобова

"13" июня 2023 г.

Разработчик:
Руководитель научно-исследовательской
лаборатории государственных эталонов и
научных исследований в области измере-
ний отношений изотопов


Я.К. Чубченко

"13" июня 2023 г.

г. Санкт-Петербург
2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы DILO 3-038R-R313 V2-B зав. № 2000019080, 2000019081 (далее – газоанализаторы), и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

В методике поверки прослеживаемость при поверке газоанализаторов обеспечивается в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 и государственной поверочной схемой, утвержденным приказом Росстандарта от 15.12.2021 № 2885 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений влажности газов и температуры конденсации углеводородов», к государственному первичному эталону единиц относительной влажности газов, молярной (объемной) доли влаги, температуры точки росы/иней, температуры конденсации углеводородов ГЭТ 151-2020.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой генератором газовых смесей – рабочим эталоном 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, стандартным образцом и/или генератором влажного газа.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов. Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в Приложении Б.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняют 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	да	да	7
Опробование	да	да	8.2
Подтверждение соответствия программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10

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 20 ± 5 °С;
- атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа;
- относительная влажность воздуха от 10 % до 80 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с газоанализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, ГОСТ Р 50760-95, приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315, эксплуатационной документацией поверяемых газоанализаторов, применяемых эталонов и стандартных образцов, 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

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Определение контроля условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от -10 °С до +60 °С с абсолютной погрешностью ±0,4 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 95 % с абсолютной погрешностью ±3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1200 гПа с абсолютной погрешностью ±5 гПа	Прибор комбинированный Testo-622, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Генератор газовых смесей – рабочий эталон 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315; диапазон воспроизведения объемной (молярной) доли целевого компонента от 1,0·10 ⁻⁶ % до 99 %; предел допускаемой отн.	Генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-Р, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 62151-15 Стандартный образец состава газовой смеси SF ₆ /воздух, регистрационный номер в Федеральном информационном

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>погрешности заданного значения объемной доли (молярной) целевого компонента в смеси на выходе генератора не более $\pm 5,0\%$. Стандартный образец состава газовой смеси SF₆/воздух; интервал допускаемых (номинальных) значений молярной доли SF₆ от $5 \cdot 10^{-5}\%$ до $99,9\%$; допускаемые значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$ не более 5%.</p> <p>Стандартный образец состава газовой смеси SO₂/N₂; интервал допускаемых (номинальных) значений молярной доли SO₂ от $0,010\%$ до $30,0\%$; допускаемое значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$ не более $0,5\%$.</p> <p>Генератор влажного газа; диапазон воспроизведения температуры точки росы от минус $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ до плюс $20\text{ }^{\circ}\text{C}$; предел допускаемой абсолютной погрешности температуры точки росы $\pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ или стандартный образец состава газовой смеси H₂O/N₂; интервал допускаемых (номинальных) значений молярной доли H₂O, от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$; допускаемые значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$ не более $5,0\%$.</p>	<p>фонде 10531-2014</p> <p>Стандартный образец состава газовой смеси SO₂/N₂, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 10774-2016</p> <p>Генератор влажного газа Michell Instruments мод. DG-4, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 48434-11 или стандартный образец состава газовой смеси H₂O/N₂, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 10531-2014</p>
<p>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице</p>		

5.2 Средства измерений, используемые при поверке, в соответствии с частью 1 статьи 9 Федерального закона № 102-ФЗ должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методик поверки. Стандартные образцы, используемые при

поверке, в соответствии с частью 2 статьи 8 Федерального закона № 102-ФЗ должны быть утвержденного типа и соответствовать требованиям методик поверки.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

6.1.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.1.2 Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.1.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС должны соответствовать приказу Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2020 г. № 536 «Об утверждении федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением».

6.1.4 При работе с газоанализатором необходимо соблюдать общие требования безопасности «Об утверждении Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии», утверждённые приказом Министерства энергетики РФ от 12 августа 2022 г. № 811, и «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», утверждённые приказом Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- комплектность газоанализатора соответствует требованиям РЭ (при первичной поверке до ввода в эксплуатацию);

- отсутствие механических повреждений (трещин, вмятин, окисленных контактов и др.), влияющих на работоспособность отдельных элементов газоанализаторов и газоанализаторов в целом, а также линий связи (при наличии);

- исправность органов управления, разъемов, штуцеров, соединительных проводов и кабелей;

- четкость надписей;

- наличие маркировки газоанализаторов согласно требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Газоанализатор считается выдержавшим внешний осмотр, 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 При первичной поверке проверяют комплектность газоанализатора согласно требованиям эксплуатационной документации.

8.1.2 Подготавливают поверяемый газоанализатор и средства поверки к работе согласно требованиям эксплуатационной документации.

8.1.3 Проверяют наличие и сроки действия паспортов на используемые стандартные образцы и чистые газы в баллонах под давлением.

8.1.4 Выдерживают в помещении, в котором будет проводиться поверка, стандартные образцы в баллонах под давлением и средства поверки в течение не менее 24 ч, поверяемый газоанализатор - не менее 2 ч.

8.1.5 Подсоединяют фторопластовую трубку с выхода генератора или редуктора давления баллона ко входу газоанализатора.

8.1.6 Включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.1.7 Регистрируют условия поверки в соответствии с п. 3 настоящей методики поверки.

8.1.8 Контроль условий поверки выполняется путём сравнения показаний средств поверки, указанных в п. 5.1 с требованиями, указанными в п. 3.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверка общего функционирования

Проверку общего функционирования газоанализатора (вывод значений концентрации, единицы измерения, сообщений о неисправности и т.д.) проводят в процессе тестирования при их включении в соответствии с Руководством по эксплуатации.

8.2.2 Результаты проверки считают положительными, если:

- во время тестирования отсутствуют сообщения об отказах,
- после окончания времени прогрева газоанализатор переходит в режим измерений,
- на дисплее газоанализатора отображается измерительная информация.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО).

Вывод номера версии встроенного ПО на экран газоанализатора осуществляется при помощи перехода на информационную вкладку Настройки/ Информация о системе.

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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение основной приведенной (абсолютной) погрешности проводят при подаче на газоанализатор поверочных газовых смесей в последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3 и считывании показаний газоанализатора после завершения процесса измерений.

Номинальные значения содержания определяемых компонентов ПГС приведены в таблице А.1 Приложения А.

Значения основной приведенной погрешности (γ в %) рассчитывают по формуле:

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

где

X_i – показания газоанализатора при подаче ПГС, % (при поверке канала объемной доли гексафторида серы), °С (при поверке канала температуры точки росы), млн⁻¹ (при поверке канала объемной доли диоксида серы);

X_d - действительное значение объемной доли определяемого компонента в ПГС, % (при поверке канала объемной доли гексафторида серы), °C (при поверке канала температуры точки росы), млн⁻¹ (при поверке канала объемной доли диоксида серы);

X_k - верхний предел диапазона измерений, % (при поверке канала объемной доли гексафторида серы), °C (при поверке канала температуры точки росы), млн⁻¹ (при поверке канала объемной доли диоксида серы).

Значения основной абсолютной погрешности (Δ) рассчитывают по формуле:

$$\Delta = X_i - X_o, \quad (2)$$

Полученные значения основной приведенной и основной абсолютной погрешности для каждой ПГС не должны превышать 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 для ПГС № 3 (в долях от пределов основной абсолютной погрешности) рассчитывают по формуле:

$$b = \frac{X_b - X_m}{\delta}, \quad (3)$$

где X_b (X_m) – показания газоанализатора при подходе к точке проверки со стороны больших (меньших) значений, % (при поверке канала объемной доли гексафторида серы), °C (при поверке канала температуры точки росы), млн⁻¹ (при поверке канала объемной доли диоксида серы).

Значение вариации показаний для ПГС № 3 (в долях от пределов основной приведенной погрешности) рассчитывают по формуле:

$$b = \frac{X_b - X_m}{X_o \cdot \gamma} \cdot 100, \quad (4)$$

Полученные значения вариации не должны превышать 0,5 долей от пределов допускаемой основной погрешности.

10.3 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.

11 Оформление результатов поверки

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

11.2 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению. При отрицательных результатах газоанализаторы не допускают к применению.

11.3 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку выдается свидетельство о поверке средства измерений или извещение о непригодности к применению средства измерений.

Приложение А

(обязательное)

Характеристики газовых смесей,
используемых при поверке газоанализаторов

Таблица А.1. Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей, используемых при поверке газоанализаторов DIL0 3-038R-R313 V2-B зав. № 2000019080, 2000019081

Наименование определяемой величины	Диапазон измерений определяемой величины	Номинальное значение определяемой величины, пределы допускаемого отклонения			Источник получения ПГС
		ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	
Объемная доля гексафторида серы, %	от 0 до 100	ПНГ	50 ± 5	90 ± 10	Генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-К в комплекте с ГСО 10531-2014 состава SF ₆ /воздух и ГСО 10774-2016 состава SO ₂ /N ₂
Объемная доля диоксида серы, млн ⁻¹	от 0 до 500	ПНГ	50 ± 50	450 ± 50	
Температура точки росы, °С	от -60 до -40 включ. св. -40 до +20	-50 ± 10	-40 ± 10	-30 ± 10	Генератор влажного газа Michell Instruments мод. DG-4, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 4843411 или ГСО 10531-2014 вода/азот
Примечание: ПНГ – поверочный нулевой газ					

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Приложение Б

(обязательное)

Диапазоны измерений, пределы допускаемой погрешности
газоанализаторов

Таблица Б.1. Метрологические характеристики газоанализаторов DIL0 3-038R-R313 V2-B зав. № 2000019080, 2000019081

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объемной доли гексафторида серы, %	от 0 до 100
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений объемной доли гексафторида серы, %	±0,5
Диапазон измерений температуры точки росы, °С	от -60 до -40 включ. св. -40 до -20
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры точки росы, °С, в диапазоне от -60 °С до -40 °С включ.	±3
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений температуры точки росы, °С, в диапазоне св. -40 °С до -20 °С	±2
Диапазон измерений объемной доли диоксида серы, млн ⁻¹	от 0 до 500
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности измерений объемной доли диоксида серы, %	±25
Предел допускаемой вариации показаний, в долях от предела допускаемой основной погрешности	0,5
Пределы допускаемой дополнительной погрешности газоанализатора от изменения температуры окружающей среды относительно нормальных условий измерений, в долях основной погрешности	±0,4
Нормальные условия измерений: -температура окружающей среды, °С	от +15 до +25

Приложение В
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ _____
 Вид поверки (первичная/периодическая) _____
 Владелец _____
 Зав. № _____
 Дата выпуска _____
 Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений _____
 Наименование нормативного документа по поверке _____
 Средства поверки _____
 Дата поверки _____
 Условия поверки:
 температура окружающей среды _____
 относительная влажность воздуха _____
 атмосферное давление _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____
 2 Результаты опробования _____
 2.1 Проверка общего функционирования _____
 2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения _____
 3 Определение метрологических характеристик _____

Определяемый компонент	Диапазон измерений	Пределы допускаемой основной погрешности, %		Максимальное значение основной погрешности, полученное при поверке, %		Вариация показаний, в долях от пределов основной погрешности	
		приведенная	относительная	приведенная	относительная	нормированная	полученная при поверке

4. Заключение _____

Поверитель _____