

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

«15» мая 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы ПТ 2020
Методика поверки
МП 242-2546-2023

Руководитель
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова
«15» мая 2023 г.

Разработчик
Руководитель лаборатории
Т.Б. Соколов

Санкт-Петербург
2023 г

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы ПТ 2020 (далее - газоанализаторы), выпускаемые АО «Прогрессивные технологии», г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

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 мерой или 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 поверки отдельных 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	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1, 8.2
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ 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 газоанализатора	да	да	10.1
Определение вариации выходного сигнала	да	нет	10.2
Определение времени установления выходного сигнала	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:

– температура окружающей среды, °С	20±5;
– относительная влажность воздуха, %	до 80;
– атмосферное давление, кПа	101,3 ± 1,1
– расход ГС (если не указано иное), дм ³ /мин	от 1,0 до 1,5

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с газоанализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, ГОСТ Р 52931-2008, Приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах», эксплуатационной документацией на газоанализаторы, 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 100,2 до 102,4 кПа, с абсолютной погрешностью не более ±0,5 кПа	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Манометр деформационный, верхний предел измерений давления 1 кгс/см ² , класс точности 0,6	Манометр деформационный образцовый с условной шкалой типа МО (рег. № 5768-67)
	Азот газообразный в баллонах под давлением, объемная доля азота не менее 99,99 %	Азот газообразный особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	Средства измерений интервалов времени, класс точности 3	Секундомер механический СОПр, рег. № 11519-11
	Редуктор баллонный, максимальное входное давление 200 кгс/см ² , максимальное выходное давление 3,5 кгс/см ² *	Редуктор баллонный БАЗО-5МГ, ТУ 3645-032-00220531-97, максимальное входное давление 200 кгс/см ² , максимальное выходное давление 3,5 кгс/см ²
	Трубка поливинилхлоридная *	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм
	Вентиль трассовый точной регулировки, диапазон рабочего давления (0-6) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *	Вентиль трассовый точной регулировки ВТР-4
п.10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 1 и 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 (характеристики ГС приведены в Приложении А)	ГСО 10531-2014 (CH ₄ -N ₂), ГСО 10532-2014 (CO ₂ -N ₂), ГСО 10546-2016 (SO ₂ -N ₂) в баллонах под давлением ¹⁾
	Азот газообразный в баллонах под давлением, объемная доля азота не менее 99,99 %	Азот газообразный особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	Средства измерений интервалов времени, класс точности 3	Секундомер механический СОПр, рег. № 11519-11
	Средства измерений объемного расхода, верхняя граница диапазона измерений 0,16 м ³ /ч, класс точности 4 *	Ротаметр РМ-А-0,16ГУЗ, ГОСТ 13045-81
	Редуктор баллонный, максимальное входное давление 200 кгс/см ² , максимальное выходное давление 3,5 кгс/см ² *	Редуктор баллонный БАЗО-5МГ, ТУ 3645-032-00220531-97, максимальное входное давление 200 кгс/см ² , максимальное выходное давление 3,5 кгс/см ²

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	Вентиль точной регулировки, диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *	Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160
	Вентиль трассовый точной регулировки, диапазон рабочего давления от 0 до 6 кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *	Вентиль трассовый точной регулировки ВТР-4
	Трубка фторопластовая *	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм
	Трубка поливинилхлоридная *	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм

¹⁾ Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (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 газоанализатора, должно быть не более 1/3.

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

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

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают 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 г. № 536.

6.5 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям раздела 1.3 руководства по эксплуатации ПРБМ.418319.002 РЭ;

¹⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

- соответствие маркировки требованиям раздела 1.6 руководства по эксплуатации ПРБМ.418319.002 РЭ;

- газоанализатор не должен иметь повреждений, влияющих на работоспособность.

7.1.2 Газоанализатор 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 газоанализатор и средства поверки при температуре поверки в течение не менее

2 ч.

- подготовить газоанализатор к работе в соответствии с разделом 2.2 руководства по эксплуатации ПРБМ.418319.002 РЭ.

- 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 газоанализатора согласно разделу 2.2 руководства по эксплуатации ПРБМ.418319.002 РЭ.

8.3.2 Проверка герметичности газового тракта газоанализатора

Проверку герметичности газового тракта газоанализатора проводят в следующем порядке:

1) Подготавливают газоанализатор к работе согласно разделам 2.1 – 2.3 ПРБМ.418319.002 РЭ.

2) На выходной штуцер газоанализатора устанавливают заглушку.

3) На входной штуцер газоанализатора подключают через редуктор и запорный вентиль (или вентиль точной регулировки трассовый) подключают газовую линию от баллона с азотом или сжатым воздухом.

4) С помощью манометра установить избыточное давление равное (50 ± 1) кПа, закрыть запорный вентиль на входе, зафиксировать значение избыточного давления и включить секундомер.

5) Через 10 мин повторно зафиксировать значение избыточного давления.

8.3.3 Результаты опробования считают положительными если:

- по окончании времени прогрева на дисплее вычислителя ФС отображается измерительная информация;

- отсутствует сигнализация об отказах;

- изменение давления в газовом тракте за 10 мин не более 20 кПа.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

9.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО газоанализатора. Программное обеспечение газоанализатора идентифицируется при запуске в диалоговом окне.

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в Описании типа газоанализатора.

9.3 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если номер версии ПО не ниже указанного в Описании типа газоанализаторов.

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

10.1 Определение погрешности газоанализатора

Определение погрешности газоанализаторов проводят при поочередной подаче ГС на вход газоанализатора в последовательности №№ 1-2-3-4-3-1-4 (таблица А.1, Приложение А) и считывании показаний с монитора персонального компьютера газоанализатора по соответствующему измерительному каналу. Подачу ГС осуществляют на штуцер газоанализатора «ВХОД», расход ГС устанавливают равным от 1,0 до 1,5 дм³/мин, время подачи ГС не менее 3·T_{0,9д}.

Значение приведенной погрешности γ_i , %, рассчитывают для *i*-ой ГС по формуле

$$\gamma_i = \frac{C_i - C_{i0}}{C_n - C_n} \cdot 100 \quad (1)$$

где C_i - результат измерений содержания определяемого компонента при подаче *i*-ой ГС, объемная доля, % (млн⁻¹);

C_{i0} - действительное значение содержания определяемого компонента в *i*-ой ГС, объемная доля, % (млн⁻¹);

C_n, C_n - верхний и нижний пределы диапазона измерений, для которого нормированы пределы допускаемой приведенной погрешности, объемная доля, % (млн⁻¹).

Значение относительной погрешности δ_i , %, рассчитывают для *i*-ой ГС по формуле

$$\delta_i = \frac{C_i - C_{i0}}{C_{i0}} \cdot 100 \quad (2)$$

Результаты проверки положительные, если полученные значения погрешности не превышают пределов допускаемой погрешности, приведенных в таблице Б.1 Приложения Б для соответствующего определяемого компонента и диапазона измерений.

10.2 Определение вариации выходного сигнала газоанализатора

Определение вариации выходного сигнала газоанализатора допускается проводить одновременно с определением погрешности по п. 10.1.

Значение вариации показаний \mathcal{V} , в долях от пределов допускаемой относительной погрешности, рассчитывают для ГС №3 по формуле

$$\mathcal{V} = \frac{C_{3(b)} - C_{3(m)}}{C_{30} \cdot \delta} \cdot 100 \quad (3)$$

где $C_{3(b)}, C_{3(m)}$ - результат измерений содержания определяемого компонента при подаче ГС № 3 при подходе с большей и меньшей стороны соответственно, объемная доля, % (млн⁻¹);

δ - пределы допускаемой относительной погрешности, %.

Результаты проверки положительные, если полученные значения вариации показаний не превышают 0,5 в долях от пределов допускаемой относительной погрешности.

10.3 Определение времени установления показаний

Определение времени установления показаний газоанализатора допускается проводить одновременно с определением погрешности по п. 10.1 или в следующем порядке:

1) На вход газоанализатора подают ГС № 3 и фиксируют установившееся значение выходного сигнала газоанализатора по показаниям дисплея вычислителя ФС, рассчитывают значение, равное 0,9 от установившегося значения выходного сигнала газоанализатора.

2) На вход газоанализатора подают ГС № 1 и фиксируют установившееся значение выходного сигнала газоанализатора по показаниям дисплея вычислителя ФС. Отклонение показаний от нулевых не должно превышать 0,2 в долях от пределов допускаемой приведенной погрешности.

3) На вход газоанализатора подают ГС № 3, включают секундомер и фиксируют время достижения выходным сигналом газоанализатора значения, рассчитанного в п. 1).

4) Результаты проверки положительные, если время установления выходного сигнала не превышает 300 с.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

11.2 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по заявлению владельца газоанализатора или лица, представившего газоанализатор 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 газоанализатора или лица, представившего газоанализатор 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	Номинальное значение содержания определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения				Относительная погрешность аттестации, %	Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС ¹⁾²⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3	ГС № 4		
Диоксид серы (SO ₂)	от 0 до 750 млн ⁻¹	азот				-	Азот о.ч., сорт 1, ГОСТ 9293-74
			75 млн ⁻¹ ± 10 % отн.	375 млн ⁻¹ ± 10 % отн.	675 млн ⁻¹ ± 10 % отн.	±2,5	ГСО 10546-2014 SO ₂ -N ₂
Диоксид углерода (CO ₂)	от 0 до 30 %	азот				-	Азот о.ч., сорт 1, ГОСТ 9293-74
			3,0 % ± 7 % отн.			±3,0	ГСО 10532-2014 CO ₂ -N ₂
				15,0 % ± 5 % отн.		±2,0	ГСО 10532-2014 CO ₂ -N ₂
					27,0 % ± 5 % отн.	±1,0	ГСО 10532-2014 CO ₂ -N ₂
Метан (CH ₄)	от 0 до 300 млн ⁻¹	азот				-	Азот о.ч., сорт 1, ГОСТ 9293-74
			30 млн ⁻¹ ± 10 % отн.	150 млн ⁻¹ ± 10 % отн.	270 млн ⁻¹ ± 10 % отн.	±2,5	ГСО 10531-2014 CH ₄ -N ₂

¹⁾ Изготовители и поставщики ГСО - предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах и газоко-нденсатных средах ГЭТ 154-2019.

²⁾ Допускается применение ГС состава определяемый компонент - воздух.

Приложение Б
(обязательное)

Диапазоны измерений и пределы допускаемой погрешности газоанализаторов

Таблица Б.1 – Диапазоны измерений и пределы допускаемой погрешности газоанализаторов

Определяемый компонент / измерительный канал	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента ¹⁾	Участок диапазона измерений объемной доли определяемого компонента	Пределы допускаемой погрешности (в условиях эксплуатации), %	
			приведенной ²⁾	относительной
Диоксид серы (SO ₂)	от 0 до 750 млн ⁻¹	от 0 до 75 млн ⁻¹ включ.	±8	–
		св. 75 до 750 млн ⁻¹	–	±8
Диоксид углерода (CO ₂)	от 0 до 30 %	от 0 до 3 % включ.	±8	–
		св. 3 до 30 %	–	±8
Метан (CH ₄)	от 0 до 300 млн ⁻¹	от 0 до 30 млн ⁻¹ включ.	±10	–
		св. 30 до 300 млн ⁻¹	–	±10

¹⁾ Номинальная цена единицы наименьшего разряда:

0,1 млн⁻¹ – для SO₂, CH₄;

0,1 % об. - для CO₂.

²⁾ Нормирующее значение – верхний предел участка диапазона измерений, для которого нормированы пределы допускаемой приведенной погрешности.