

СОГЛАСОВАНО:
Заместитель руководителя ЛОЕИ
ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»



Лапшинов В.А.

«16» июня 2023 г.

«ГСИ. Анализатор 973-SF₆.
Методика поверки»

МП-606/06-2023

г. Чехов,
2023 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на Анализатор 973-SF₆ (далее –анализатор) и устанавливает методику его первичной и периодической поверки.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице А.1 Приложения А настоящей МП-606/06-2023.

1.3 Прослеживаемость при поверке анализатора обеспечивается в соответствии с ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 декабря 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 с ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2021 г. №2885, к государственному первичному эталону единиц относительной влажности газов, молярной (объемной) доли влаги, температуры точки росы/иней, температуры конденсации углеводородов ГЭТ 151-2020.

1.4 При определении метрологических характеристик поверяемого анализатора используется метод прямых измерений поверяемым анализатором величины, воспроизводимой с помощью государственных стандартных образцов состава газовых смесей или рабочих эталонов, соответствующих указанным ГПС.

1.5 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов анализатора на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

2. Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в Таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки
	первичной	периодической	
1. Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2. Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1, 8.2
3. Опробование средства измерений	да	да	8.3
4. Проверка программного обеспечения	да	да	9
5. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10
6. Оформление результатов поверки	да	да	11

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

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
относительная влажность окружающей среды, %	от 30 до 80
атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
мм рт. ст.	от 735,06 до 784,6

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускается персонал, изучивший настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на поверяемый анализатор, имеющий квалификацию поверителя и прошедший инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Сведения о средствах 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)	<p>Средства измерений в диапазоне измерения температуры: от 15 до +25 °С, ПГ: ±1 °С</p> <p>Средства измерений в диапазоне измерения атмосферного давления: от 80 до 106 кПа, ПГ: ±5 кПа</p> <p>Средства измерений в диапазоне измерения относительной влажности от 0 до 80 %, ПГ: ±5 %</p>	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 5-Д, рег. № 71394-18
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	<p>Средства измерений в диапазоне измерения температуры: от 15 до +25 °С, ПГ: ±1 °С</p> <p>Средства измерений в диапазоне измерения атмосферного давления: от 80 до 106 кПа, ПГ: ±5 кПа</p> <p>Средства измерений в диапазоне измерения относительной влажности от 0 до 80 %, ПГ: ±5 %</p>	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 5-Д, рег. № 71394-18
	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 1-го разряда по Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «31» декабря 2020 г. № 2315	Стандартные образцы состава газовых смесей: SF ₆ /воздух (ГСО 10531-2014), SO ₂ /N ₂ (ГСО 10537-2014), в баллонах под давлением
	Средства измерений расхода газа в диапазоне измерений от 800 до 1000 см ³ /мин, приведенной погрешностью не более ±4 %	Ротаметр с местными показаниями стеклянный РМС, РМС-А-0,063 ГУЗ-2, рег. № 67050-17
	Средства измерений времени в диапазоне измерений от 0 до 59,99 с; от 0 до 9 ч. 59 мин. 59,99 с, с абсолютной погрешностью ± (9,6×10 ⁻⁶ ×T _x +0,01) с, T _x -значение измеренного интервала времени	Секундомер электронный Интеграл С-01, рег. № 44154-16
	Рабочий эталон 1-го разряда по ГПС, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «15» декабря 2021 г. № 2285	Генератор влажного газа эталонный РОДНИК-4М, рег. № 48286-11

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Рабочий эталон 1-го разряда по ГПС, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «15» декабря 2021 г. № 2285	Генератор влажного воздуха HygroGen 2-473, рег. № 32405-11
	Вентиль точной регулировки с диапазоном рабочего давления от 0 до 150 кгс/см ²	Вентиль точной регулировки ВТР-1, АПИ4.463.008 или натекатель Н-12*
	Трубка фторопластовая с диаметром условного прохода 5 мм, толщиной стенки 1,5 мм.	Трубка фторопластовая* по ТУ 6-05-2059-87

Примечания:

1) допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий:

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

- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого анализатора, должно быть не более 1/2.

2) все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*», должны быть поверены (сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений), поверочные газовые смеси в баллонах под давлением должны иметь действующие паспорта;

3) допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

6.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС 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 Госгортехнадзором России от 15.12.2020 №536;

6.4 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида средства измерений описанию и изображению, приведенному в описании типа;

- соответствие комплектности (при первичной поверке) перечню, указанному в эксплуатационной документации;

- анализатор не должен иметь видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность.

7.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Проверить соблюдение условий проведения поверки на соответствие разделу 3 настоящей МП-606/06-2023.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

8.2.2 Проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением.

8.2.3 Баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч.

8.2.4 Выдержать поверяемый анализатор и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

8.2.5 Подготовить поверяемый анализатор и эталонные средства измерений к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 При опробовании проводится общая проверка функционирования анализатора при включении электрического питания в порядке, описанном в эксплуатационной документации.

8.3.2 Результат опробования считают положительным, если:

- на дисплее анализатора отображается измерительная информация;
- органы управления анализатора функционируют.

9. Проверка программного обеспечения

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии встроенного ПО отображается на дисплее по запросу);
- в меню анализатора необходимо нажать на кнопку «System info» и во всплывающем окне напротив строки «Version» будет отображен номер версии ПО;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа средств измерений.

9.2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные программного обеспечения средства измерений (номер версии) не ниже, указанных в описании типа средства измерений.

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

10.1 Определение допускаемой погрешности измерений объемной доли определяемых компонентов анализатора

Определение погрешности содержания определяемых компонентов анализатора проводят по схеме, приведенной в Приложении В, рисунок В.1 при поочередной подаче на вход анализатора поверочных газовых смесей ГС (таблица Б.1 приложения Б, соответственно определяемому компоненту и диапазону измерений), в последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3

где:

1 – ГС, соответствующая одному из значений, находящемуся в границах 5 ± 5 % поверяемого диапазона;

2 – ГС, соответствующая одному из значений, находящемуся в границах 50 ± 5 % поверяемого диапазона;

3 – ГС, соответствующая одному из значений, находящемуся в границах 95 ± 5 % поверяемого диапазона.

Подачу ГС на анализатор осуществляют посредством применения соответствующих фитинговых переходов и редуктора между газовыми баллонами, ротаметром и входом отбираемого газа на анализатор. Расход ГС устанавливают в соответствии с Руководством по

3 – ГС, соответствующая одному из значений, находящемуся в границах 95 ± 5 % поверяемого диапазона.

Подачу ГС на анализатор осуществляют посредством применения соответствующих фитинговых переходов и редуктора между газовыми баллонами, ротаметром и входом отбираемого газа на анализатор. Расход ГС устанавливают в соответствии с Руководством по эксплуатации. Время подачи определяется продолжительностью, равной не менее утроенного номинального времени установления показаний.

Фиксируют установившиеся значения показаний на дисплее анализатора.

Значение абсолютной погрешности (Δ_i) анализатора рассчитывают по формуле (1):

$$\Delta_i = C_i - C_i^{\partial} \quad (1)$$

где C_i – установившиеся показания на дисплее анализатора в i -ой точке поверки, объемная доля определяемого компонента, %;

C_i^{∂} – действительное значение содержания определяемого компонента в i -й ГС, объемная доля определяемого компонента, %.

Значение приведенной к верхнему пределу диапазона измерения погрешности (γ , %) анализатора, рассчитывают по формуле (2):

$$\gamma = \frac{(C_i - C_i^{\partial})}{(C_B)} \cdot 100 \% \quad (2)$$

где C_i – результат измерений анализатором содержания определяемого компонента, млн^{-1} .

C_i^{∂} – действительное значение содержания определяемого компонента в i -ой ГС, млн^{-1} .

C_B – значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхнему пределу диапазона измерений, млн^{-1} .

10.2 Определение допускаемой погрешности измерений объёмной доли влаги

Определение допускаемой погрешности измерений объёмной доли влаги (ОДВ) анализатора производят в пяти равномерно расположенных точках диапазона измерений.

С помощью генератора влажного газа последовательно задают не менее пяти значений ОДВ, равномерно распределенных в диапазоне измерений, нормированном для поверяемого анализатора. Допускается отступать от крайних значений нормированного диапазона на 2 и 1000 млн^{-1} ОДВ, соответственно для нижнего и верхнего значений диапазона.

Задавать значения ОДВ следует от меньших к большим.

Установившиеся значения показаний анализатора считывают на дисплее анализатора.

Значение приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности (γ , %) анализатора, рассчитывают по формуле (3):

$$\gamma = \frac{(C_i - C_i^{\partial})}{(C_B)} \cdot 100 \% \quad (3)$$

где C_i – результат измерений анализатором содержания влаги, млн^{-1} .

C_i^{∂} – объёмная доля влаги, заданная эталонным генератором, млн^{-1} .

C_B – значение содержания объёмной доли влаги, соответствующее верхнему пределу диапазона измерений, млн^{-1} .

10.3 Определение допускаемой погрешности измерений температуры точки росы

Определение допускаемой погрешности измерений температуры точки росы проводится с помощью генератора влажного воздуха. Пробоотборная трубка анализатора устанавливается в

После выхода генератора влажного воздуха на заданный режим на анализаторе включают режим забора пробы. Фиксируют установившиеся значения показаний температуры точки росы на дисплее анализатора.

Значение абсолютной погрешности (ΔT) измерений температуры точки росы рассчитывают по формуле (4):

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{эт}} \quad (4)$$

где $T_{\text{изм}}$ – результат измерений анализатором температуры точки росы, °С;

$T_{\text{эт}}$ – температура точки росы, заданная генератором, °С.

10.4 Результат измерений по п. 10.1 - 10.3 считать положительным, если полученные значения допускаемой погрешности в каждой точке проверки не превышают пределов, указанных в таблице А.1. приложения А.

10.5 Определение времени установления показаний

Допускается проводить определение времени установления показаний одновременно с определением погрешности по п. 10.1.

Определение времени установления показаний проводить в следующем порядке:

1) Снять трубку от источника ГС с входа калибровочной насадки;
2) Открыть вентиль на баллоне с ГС № 3 и пропускать через соединительные линии и насадку в течение не менее 300 с (при длине соединительных линий не более 2 м.), расход ГС устанавливается равным 1000 см³/мин.

3) Надеть трубку на вход калибровочной насадки, включить секундомер, зафиксировать показания через t_1 , равное $T_{0,9d}$ и t_2 , равное $3 T_{0,9d}$

10.5.1 Результат определения времени установления показаний считают положительным, если выполняется условие (5):

$$C_{t1} \geq 0,9 \cdot C_{t2}, \quad (5)$$

где C_{t1} , C_{t2} – значение объемной доли определяемого компонента анализатора через t_1 и t_2 после подачи ГС, %, млн⁻¹.

11. Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки в свободной форме.

11.2 При положительных результатах поверки анализатор признается пригодным к применению. Сведения о положительных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке и знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

11.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признается непригодным к применению. Сведения об отрицательных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности с указанием основных причин.

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объемной доли гексафторида серы (SF ₆), %	от 80 до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли гексафторида серы (SF ₆), %	±0,5
Диапазон измерений объемной доли диоксида серы (SO ₂), млн ⁻¹	от 0 до 100 от 0 до 500
Пределы допускаемой приведенной погрешности ¹⁾ измерений объемной доли диоксида серы (SO ₂), % - в диапазоне ²⁾ от 0 до 100 млн ⁻¹ - в диапазоне ²⁾ от 0 до 500 млн ⁻¹	± 2 ± 2
Диапазон измерений объемной доли влаги, млн ⁻¹	от 40 до 20000
Пределы допускаемой приведенной погрешности ¹⁾ измерений объемной доли влаги, %	± 5
Диапазон измерений температуры точки росы, °С	от -20 до +20
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры точки росы, °С	± 0,5
Время установления показаний T ₉₀ , мин, не более	5
¹⁾ Приведенная к верхнему пределу диапазона измерений ²⁾ Диапазон измерений объемной доли диоксида серы определяется сменным модулем, установленным в конструкцию анализатора	

Приложение Б
(обязательное)

Технические характеристики ГС, используемых при проведении поверки

Таблица Б.1 – Технические характеристики ГС, используемых при проведении поверки

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли, %, млн ⁻¹	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения			Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС
		ГС № 1	ГС №2	ГС № 3	
Гексафторид серы (SF ₆ , элегаз)	от 80 % до 100 %	84 % ± 5 % отн.	90 % ± 5 % отн.	99 % ± 5 % отн.	ГСО 10531-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) (SF ₆ /воздух)
Диоксид серы (SO ₂)	от 0 до 100 млн ⁻¹	5 млн ⁻¹ ± 5 % отн.	50 млн ⁻¹ ± 5 % отн.	95 млн ⁻¹ ± 5 % отн.	ГСО 10537-2014 СО состава искусственной газовой смеси на основе серосодержащих газов (СС-М-1) (SO ₂ / N ₂)
	от 0 до 500 млн ⁻¹	5 млн ⁻¹ ± 5 % отн.	250 млн ⁻¹ ± 5 % отн.	475 млн ⁻¹ ± 5 % отн.	

Приложение В
(обязательное)
Схема подачи ГС на анализатор

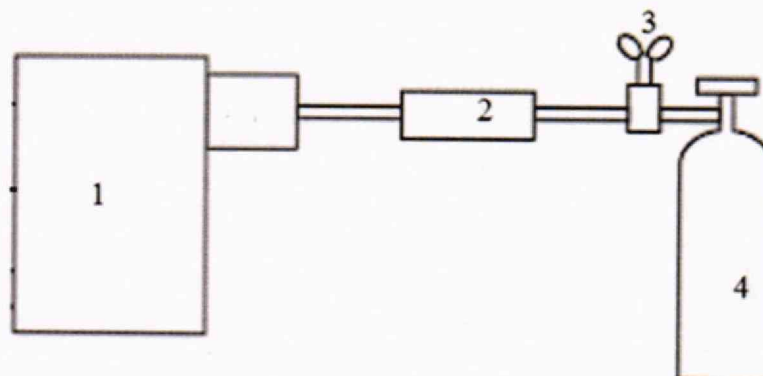


Рисунок В.1 – Рекомендуемая схема подачи ГС на вход анализаторов при использовании стандартных баллонов с ГС.

- 1 –анализатор;
- 2 – ротаметр (индикатор расхода),
- 3 – редуктор;
- 4 – источник ГС (баллон с ГС или генератор).