

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора по метрологии

Западно-Сибирского филиала

ФГУП «ВНИИФТРИ»

В.Ю. Кондаков

«09» октября 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Система автоматического контроля выбросов загрязняющих веществ цеха

Серной кислоты АО «Капролактам Кемерово»

Методика поверки

МП-515-310556-2023

г. Новосибирск

2023 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Систему автоматического контроля выбросов загрязняющих веществ цеха Серной кислоты АО «Капролактан Кемерово» (далее - система), предназначенную для непрерывного автоматического измерения и учета содержания загрязняющего вещества - диоксида серы (SO₂) и паров воды (H₂O), а также параметров газового потока (температуры, давления, расхода) в отходящих газах.

1.2 Выполнение всех требований настоящей методики поверки обеспечивает прослеживаемость средства измерений к следующим государственным первичным эталонам:

– ГЭТ154-2019 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 декабря 2020 года № 2315;

– ГЭТ34-2020 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2022 года № 3253;

– ГЭТ101-2011 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1}$ - $1 \cdot 10^7$ Па, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 06 декабря 2019 года № 2900;

– ГЭТ118-2017 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений объемного и массового расходов газа, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 мая 2022 года № 1133.

1.3 Поверка выполняется покомпонентным (поэлементным) методом по ГОСТ Р 8.596-2002.

1.4 Первичная поверка проводится при вводе в эксплуатацию системы, а также после ремонта.

1.5 Периодическая поверка проводится по истечении интервала между поверками.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Проверка герметичности устройства отбора и подготовки пробы	10	Да	Да
5 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- диапазон температуры внутри блок-контейнера от +15 °С до +25 °С;
- диапазон температуры в термочехлах от +10 °С до +50 °С;
- относительная влажность от 30 % до 95 %;
- атмосферное давление от 84 кПа до 106,7 кПа.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению измерений при поверке и обработке результатов измерений допускаются лица, аттестованные в качестве поверителя, изучившие эксплуатационную документацию системы и средств её поверки, а также прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.2 Управление системой при поверке выполняется оператором системы в присутствии поверителя.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства измерений, приведенные в таблице 2.

5.2 При проведении поверки средств измерений, входящих в состав системы, применяют средства поверки, указанные в документах на методики поверки этих средств измерений.

5.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и иметь действующие результаты поверки.

5.4 Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта

5.5 Допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик системы с требуемой точностью.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Средство поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Рекомендуемые типы средств поверки
8, 10, 11	Измеритель температуры, относительной влажности и атмосферного давления	Температура: от минус 40 до плюс 55 °С ПГ ±0,4 °С Относительная влажность: от 0 до 90 % ПГ ±2,5 %, от 90 до 98 % ПГ ±4,0 %; Атмосферное давление от 30 до 110 кПа, ПГ ±0,2 кПа	Измеритель-регистратор автономный серии EClerk-M (Per. № 80931-21)
10	Поверочный нулевой газ «Азот»	Марка Б ТУ 6-21-39-96	Азот газообразный по ГОСТ 9293-74
10	ГСО ПГС SO ₂ /N ₂ 1 –го разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 года № 2315	700 млн ⁻¹ ±10 % (ПГ ±3 %) и 900 млн ⁻¹ ±10 % (ПГ ±2,7 %)	ГСО 10342-2013
11	Калибратор унифицированных сигналов	Диапазон задания сигналов силы постоянного тока от 0 до 25 мА, ПГ ±(10 ⁻⁴ ·I + 1) мкА	Калибратор-измеритель унифицированных сигналов эталонный ИКСУ-260 (per. № 35062-07)

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Поверка выполняется специалистами аккредитованной в установленном порядке метрологической службы, ознакомившимися с технической и эксплуатационной документацией и настоящей методикой поверки.

6.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования, предусмотренные правилами промышленной безопасности и охраны труда, действующими на территории проведения поверки.

6.3 Должны выполняться требования действующих нормативных актов, инструкций по охране труда и окружающей среды.

6.4 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в «Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей» и эксплуатационной документации системы и ее компонентов.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Внешний осмотр проводят визуально без снятия напряжения питания с компонентов системы.

7.2 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие влияющих на работоспособность механических повреждений и дефектов компонентов, входящих в состав системы;

- соответствие комплектности системы паспорту;

- наличие маркировки системы;

- надписи и обозначения на элементах системы должны быть четкими и соответствовать эксплуатационной документации.

Результаты проверки считают положительными, если выполняются все вышеперечисленные требования.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполнить следующие подготовительные работы:

- провести организационно-технические мероприятия по доступу поверителей к местам установки компонентов системы;

- провести организационно-технические мероприятия по обеспечению безопасности поверочных работ в соответствии с действующими правилами и руководствами по эксплуатации применяемого оборудования.

8.2 Проверить наличие и работоспособность средств поверки, перечисленных в таблице 2.

8.3 Подготовить средства поверки к работе в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.4 Опробование системы проводят с автоматизированного рабочего места оператора (далее - АРМ) путем визуального наблюдения на экране текущих значений измеряемых параметров и архивных данных в установленных единицах.

При опробовании системы проверяется:

- сохранение результатов измерений с привязкой даты и времени;

- сохранность в памяти информации о нештатных ситуациях с привязкой даты и времени.

Результат опробования считают положительным, если:

- на АРМ оператора отображается информация о текущих и архивных значениях;

- отсутствуют сообщения об ошибках.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее - ПО) проводят путем сравнения идентификационных данных ПО с соответствующими идентификационными данными, зафиксированными при испытаниях в целях утверждения типа и указанных в описании типа.

9.2 Проверку идентификационных данных программного обеспечения проводят в следующей последовательности:

- проверяют соответствие номера версии ПО для программирования контроллера SIMATIC S7-1200;

- проверяют соответствие цифрового идентификатора (контрольной суммы) метрологически значимой части ПО с цифровым идентификатором ПО, указанным в описании типа и таблице 3.

9.3 Для проверки соответствия цифрового идентификатора (контрольной суммы) метрологически значимой части ПО:

- на рабочем столе, на сервере, создают текстовый файл «CEMS_AZOT.txt»;
- открывают исходный код программного блока «CEMS_AZOT» в редакторе SCL системы программирования «SIMATIC STEP 7», копируют текст блока в буфер обмена и вставляют скопированный текст в файл «CEMS_AZOT.txt», сохраняют файл;

- запускают утилиту MD5 Checksum Tool;
- для файла «CEMS_AZOT.txt» определяют цифровой идентификатор (контрольную сумму) по MD5;

- сравнивают цифровой идентификатор с соответствующими идентификационными данными, указанными в описании типа системы.

9.4 Результат проверки идентификационных данных ПО считают положительным, если:

- номера версии ПО для программирования контроллера SIMATIC S7-1200 совпадает с приведенной в описании типа и таблице 3;

- цифровой идентификатор (контрольная сумма) метрологически значимой части ПО совпадает с приведенным в описании типа и таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО контроллера

Идентификационные данные (признаки)	Значение
ПО для программирования SIMATIC S7-1200	
Номер версии ПО	Не ниже V16
Цифровой идентификатор ПО	-
Встроенное программное обеспечение	
Идентификационное наименование ПО	CEMS_AZOT
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0.X*
Цифровой идентификатор ПО (MD-5)	2af2ac43361050904e12344df9592e53
* - последняя цифра (X, от 0 до 9) – идентификационный номер метрологически незначимой части программного обеспечения	

10 ПРОВЕРКА ГЕРМЕТИЧНОСТИ УСТРОЙСТВА ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБЫ

10.1 Проверка осуществляется подачей последовательно ПГС № 1, ПГС № 2 и ПГС № 3 для компонента SO₂ (таблица 4) непосредственно на вход пробоотборного зонда.

10.2 Результаты считаются положительными, если показания измерительного канала SO₂ отличаются от значений, указанных в паспортах ПГС не более чем на величину погрешности при измерениях в соответствующих диапазонах.

Таблица 4 – Перечень ПГС, используемых при поверке системы

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли, млн ⁻¹	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения			Источник получения ГС (Номер ГСО)
		ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	
SO ₂	от 0 до 900	ПНГ*	700 млн ⁻¹ ±10 %	900 млн ⁻¹ ±10 %	ГСО 10342-2013 (SO ₂ /N ₂)

*ПНГ - поверочный нулевой газ - азот газообразный по ГОСТ 9293-74

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение основной погрешности газоаналитических каналов.

11.1.1 Определение основной погрешности газоаналитических каналов, имеющих в своем составе анализатор газов непрерывного действия СТ5400 с аналоговыми выходными сигналами в виде постоянного тока от 4 до 20 мА по соответствующим каналам производить поэлементно в следующем порядке:

11.1.1.1. Проверить наличие действующих результатов поверки на анализатор газов непрерывного действия СТ5400.

11.1.1.2. Провести проверку погрешности передачи информации измерительных каналов, для чего:

- вместо соответствующего канала анализатора газов непрерывного действия СТ5400 подключить калибратор и последовательно устанавливать следующие значения тока: (4±0,5) мА; (8 ±0,5) мА; (12±0,5) мА; (16 ±0,5) мА; (20±0,5) мА;

- зафиксировать установившиеся показания на дисплее калибратора и АРМ оператора;

- по результатам каждого измерения рассчитать задаваемое (имитируемое) значение объемной доли SO₂, объемной доли H₂O, массовой концентрации SO₂, приведенной к 0 °С и давлению 101,3 кПа по формуле:

$$C_{I3} = C_{\min_I} + (C_{\max_I} - C_{\min_I}) \cdot \frac{I-4}{16} \quad (1)$$

где:

C_{I3} – задаваемое (имитируемое) значение объемной доли SO₂ (млн⁻¹), объемной доли H₂O ((% об.), массовой концентрации SO₂ (мг/м³);

I – значение тока по показаниям калибратора, мА;

C_{\min_I} – значение объемной доли SO₂ (млн⁻¹), объемной доли H₂O ((% об.), массовой концентрации SO₂ (мг/м³), соответствующее выходному сигналу 4 мА;

C_{\max_I} – значение объемной доли SO₂ (млн⁻¹), объемной доли H₂O ((% об.), массовой концентрации SO₂ (мг/м³), соответствующее выходному сигналу 20 мА.

- определить погрешности передачи информации измерительных каналов для каждого из измерений по формуле:

$$\gamma_i = \frac{C_i - C_{I3}}{C_{\max_I}} \cdot 100 \quad (2)$$

где:

γ_i – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности

передачи информации об объемной доле SO_2 (млн^{-1}), объемной доле H_2O ((% об.), массовой концентрации SO_2 ($\text{мг}/\text{м}^3$);

C_i – значение объемной доли SO_2 (млн^{-1}), объемной доли H_2O ((% об.), массовой концентрации SO_2 ($\text{мг}/\text{м}^3$) по показаниям АРМ оператора.

11.1.2 Результаты определения основной погрешности газоаналитических каналов, имеющих в своем составе анализатор газов непрерывного действия СТ5400 с аналоговыми выходными сигналами в виде постоянного тока от 4 до 20 мА по соответствующим каналам считаются положительными, если:

- анализатор газов непрерывного действия СТ5400 имеет действующие результаты поверки;

- значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности передачи информации об объемной доле газового компонента находится в пределах, составляющих 0,2 от пределов допускаемой основной приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности соответствующего газового компонента.

11.2 Определение погрешности каналов измерений температуры газового потока, давления газового потока, объемного расхода.

11.2.1 Определение погрешности измерительных каналов температуры газового потока, давления газового потока, имеющих в своем составе первичные преобразователи температуры газового потока, давления газового потока с выходными сигналами в виде постоянного тока от 4 до 20 мА производится поэлементно в следующем порядке:

11.2.1.1. Проверить наличие действующих результатов поверки на первичные преобразователи температуры газового потока, давления газового потока.

11.2.1.2. Произвести определение погрешности передачи информации измерительных каналов следующим образом:

- вместо первичного преобразователя соответствующего канала подключить калибратор и последовательно устанавливать следующие значения тока: $(4 \pm 0,5)$ мА; $(8 \pm 0,5)$ мА; $(12 \pm 0,5)$ мА; $(16 \pm 0,5)$ мА; $(20 \pm 0,5)$ мА;

- зафиксировать установившиеся показания на дисплее калибратора и АРМ оператора;

- по результатам каждого измерения рассчитать задаваемое (имитируемое) значение величины по формуле:

$$C_{II} = C_{\min_I} + (C_{\max_I} - C_{\min_I}) \cdot \frac{I-4}{16} \quad (3)$$

где:

C_{II} – задаваемое (имитируемое) значение температуры газового потока ($^{\circ}\text{C}$), давления газового потока (кПа);

I – значение тока по показаниям калибратора, мА;

C_{\min_I} – значение измеряемой величины, соответствующее выходному сигналу 4 мА;

C_{\max_I} – значение измеряемой величины, соответствующее выходному сигналу 20 мА.

- определить погрешности передачи информации измерительного канала температуры газового потока для каждого из измерений по формуле:

$$\gamma_{TI} = \frac{T_i - T_{II}}{T_{\max_I}} \cdot 100 \quad (4)$$

где:

γ_{TI} – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности передачи информации измерительного канала температуры, %;

T_i – значение температуры по показаниям АРМ оператора, $^{\circ}\text{C}$;

T_{II} – задаваемое (имитируемое) значение температуры газового потока, рассчитанное по формуле (3), $^{\circ}\text{C}$;

T_{\max_I} – значение температуры, соответствующее выходному сигналу 20 мА, °С.

- определить погрешности передачи информации измерительного канала абсолютного давления газового потока для каждого из измерений по формуле:

$$\gamma_{PI} = \frac{P_i - P_{II}}{P_{\max_I}} \cdot 100 \quad (5)$$

где:

γ_{PI} – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности передачи информации измерительного канала абсолютного давления, %;

P_i – значение абсолютного давления по показаниям АРМ оператора, кПа;

P_{II} – задаваемое (имитируемое) значение абсолютного давления газового потока, рассчитанное по формуле (3), кПа;

P_{\max_I} – значение абсолютного давления, соответствующее выходному сигналу 20 мА, кПа.

11.2.1.3. Вычислить погрешности измерительных каналов температуры газового потока и давления газового потока по следующим формулам:

- для измерительных каналов температуры газового потока:

$$\gamma_T = \pm \sqrt{\gamma_{ТПП}^2 + \gamma_{TI}^2} \quad (6)$$

где:

γ_T – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности измерений измерительного канала температуры, %;

$\gamma_{ТПП}$ – значение пределов основной приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности первичного преобразователя температуры, указанное в его описании типа, %;

γ_{TI} – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности передачи информации измерительного канала температуры, рассчитанное по формуле (4), %;

- для измерительных каналов абсолютного давления газового потока:

$$\gamma_P = \pm \sqrt{\gamma_{РПП}^2 + \gamma_{PI}^2} \quad (7)$$

где:

γ_P – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности измерений измерительного канала абсолютного давления, %;

$\gamma_{РПП}$ – значение пределов основной приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности первичного преобразователя абсолютного давления, указанное в его описании типа, %;

γ_{PI} – значение приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности передачи информации измерительного канала абсолютного давления, рассчитанное по формуле (5), %.

11.2.1.4. Результаты определения погрешности измерительных каналов температуры газового потока и давления газового потока, имеющих в своем составе первичные преобразователи температуры газового потока, давления газового потока с выходными сигналами в виде постоянного тока от 4 до 20 мА считаются положительными, если:

- все первичные измерительные преобразователи имеет действующие результаты поверки;

- значение погрешности измерительных каналов температуры газового потока находятся в пределах $\pm 0,2$ %.

- значение погрешности измерительных каналов давления газового потока находятся в пределах $\pm 0,1$ %.

11.2.2 Определение погрешности измерительного канала объемного расхода газового потока, имеющего в своем составе первичный преобразователь объемного расхода газового потока с цифровым выходным сигналом производится в следующем порядке:

11.2.2.1. Проверить наличие действующих результатов поверки на первичный преобразователь объемного расхода газового потока - измеритель скорости потока D-FL 100 с электронным блоком D-FL 100-20.

11.2.2.2. Проверить наличие выходного сигнала по каналу объемного расхода газового потока на АРМ оператора.

11.2.2.3. Поскольку от первичного преобразователя объемного расхода газового потока передача информации осуществляется по цифровым каналам связи, то за основную погрешность ИК принимается погрешность первичного преобразователя объемного расхода газового потока.

11.2.2.4. Результаты определения погрешности измерительного канала объемного расхода газового потока, имеющего в своем составе первичный преобразователь объемного расхода газового потока с цифровым выходным сигналом считаются положительными, если первичный измерительный преобразователь имеет действующие результаты поверки

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки оформляют протоколом произвольной формы.

12.2 Положительные результаты поверки системы оформляют в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31 июля 2020 г.

12.3 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке при его оформлении по заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего средство измерений в поверку.

12.4 Результаты поверки считают отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие хотя бы по одному из пунктов настоящей методики.

12.5 Отрицательные результаты поверки оформляют в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31 июля 2020 г.