

**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
М.п. «18» декабря 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Газоанализатор Picarro G2401

Методика поверки

МП-242-2556-2023

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


А.В. Колобова

«18» декабря 2023 г.

Разработчик:

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


Я.К. Чубченко

«18» декабря 2023 г.

г. Санкт-Петербург
2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализатор Pícarro G2401 зав. № 3783-CFKADS2390 (далее – газоанализатор) и устанавливает методы и средства первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость поверяемого газоанализатора 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.

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.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов.

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
Проверка программного обеспечения средства измерений	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 $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- 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 газоанализатором и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, ГОСТ Р 50760-95, приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315, эксплуатационной документацией поверяемого газоанализатора, 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. 8 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 $1,0 \cdot 10^{-6}$ % до 99 %; предел допускаемой отн. погрешности заданного значения объемной (молярной) доли целевого компонента в смеси на выходе генератора не более ±5,0 %. Стандартный образец состава искусственной газовой смеси,	Генератор газовых смесей ГГС мод. ГГС-Р, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 62151-15 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси, содержащей инертные, постоянные газы (ИП-ВНИИМ-ЭС) CO ₂ /воздух ГСО 10768-2016 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси, содержащей инертные, постоянные газы (ИП-ВНИИМ-ЭС) CO/воздух ГСО 10768-2016 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси,

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>содержащей инертные, постоянные газы CO_2/воздух, интервал допускаемых (номинальных) значений молярной доли CO_2 от 0,1 % до 10,0 %; допускаемые значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$ не более 4 %.</p> <p>Стандартный образец состава искусственной газовой смеси, содержащей инертные, постоянные газы CO/воздух, интервал допускаемых (номинальных) значений молярной доли CO от 0,0005 % до 1,0 %; допускаемые значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$ не более 4 %.</p> <p>Стандартный образец состава искусственной газовой смеси, содержащей инертные, постоянные газы CH_4/воздух, интервал допускаемых (номинальных) значений молярной доли CH_4 от 0,002 % до 5,0 %; допускаемые значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$ не более 4 %.</p>	<p>содержащей химически активные газы (ИП -ВНИИМ-ЭС) CH_4/воздух ГСО 10768-2016</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 от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, в соответствии с частью 2 статьи 8 Федерального закона от

26.06.2008 г. № 102-ФЗ должны быть утвержденного типа и соответствовать требованиям методики 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 газоанализатора и газоанализатора в целом;

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

- четкость надписей;

- наличие маркировки газоанализатора 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 мониторе отображается измерительная информация.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверка программного обеспечения (далее – ПО) газоанализатора проводится путём установления соответствия ПО газоанализатора, представленного на поверку, тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в описание типа) при испытаниях в целях утверждения типа.

9.2 Проверка соответствия ПО осуществляется следующим образом: окно с номером версии ПО выводится на монитор при помощи перехода на информационную вкладку Help/About, находящуюся в главном окне программы (рисунок 1). Окно с номером версии ПО показано на рисунке 2.

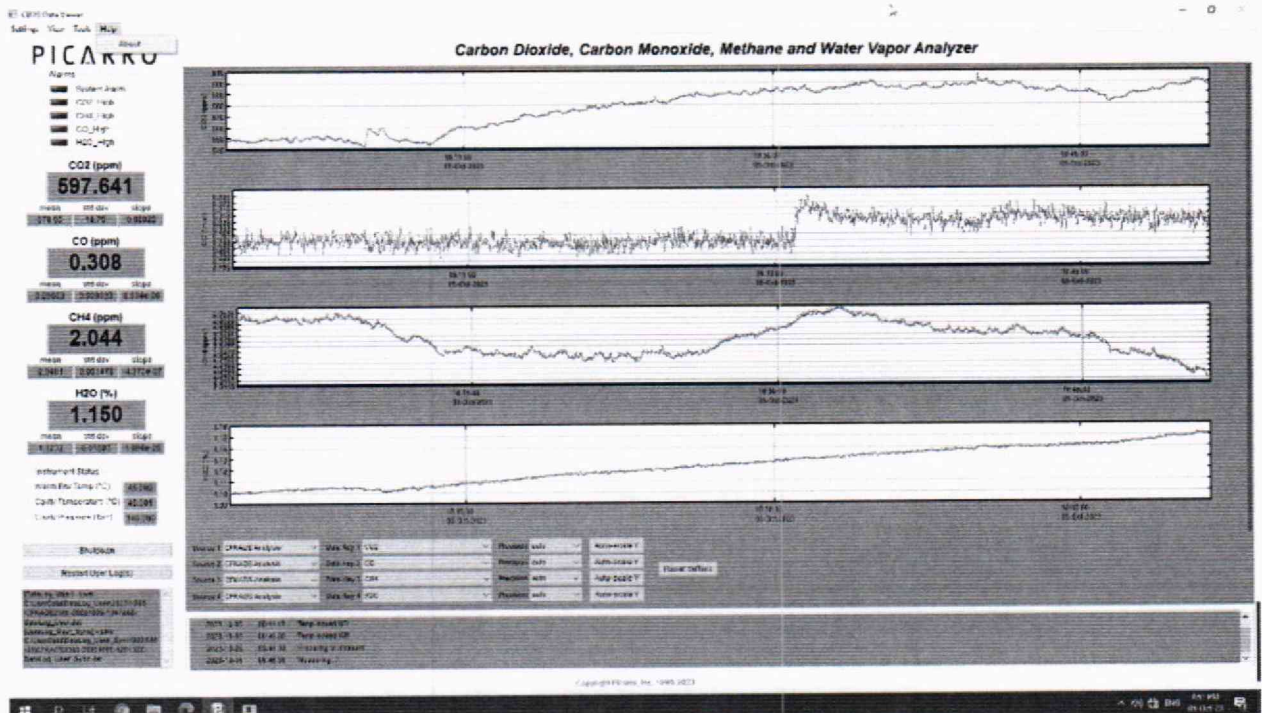


Рисунок 1 – Главное окно ПО

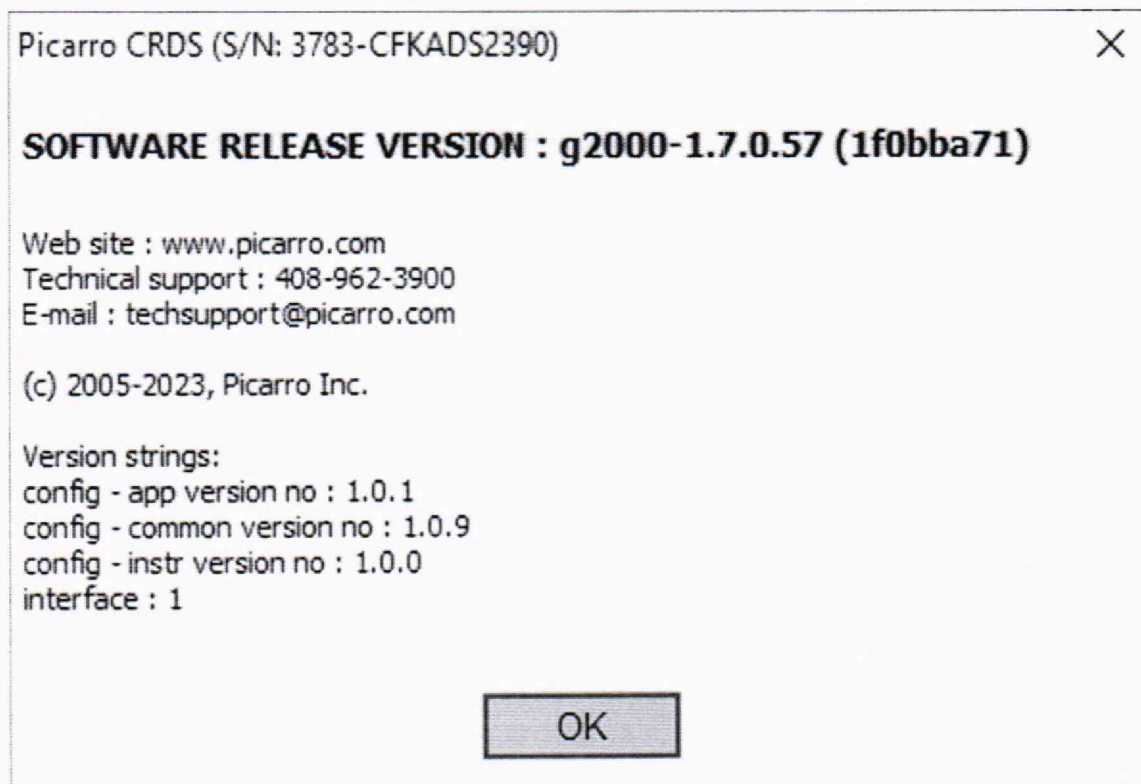


Рисунок 2 – Вид окна с версией ПО

9.3 Газоанализатор считается выдержавшим проверку по п. 9, если версия ПО g2000-1.7.0.57.

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

10.1 Определение основной погрешности, СКО случайной составляющей погрешности.

Определение основной приведенной и относительной погрешности проводят при подаче на газоанализатор поверочных газовых смесей (ПГС) 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 , %) рассчитывают по формуле:

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

где

X_i – показания газоанализатора при подаче ПГС, млн^{-1} ;

X_d – действительное значение объемной доли определяемого компонента в ПГС, млн^{-1} ;

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

Значения относительной погрешности (δ , %) рассчитываются для каждой ГС по формуле:

$$\delta = \frac{X_i - X_d}{X_d} \cdot 100 \quad (2)$$

Полученные значения основной приведенной и относительной погрешности для каждой ПГС не должны превышать значений, приведенных в таблице Б.1. Приложения Б.

10.2 Определение СКО случайной составляющей погрешности

Определение СКО случайной составляющей погрешности проводится одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1. с использованием ПГС № 2. Число измерений n – не менее десяти ($n \geq 10$).

Значение СКО случайной составляющей погрешности рассчитывают по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

Полученные значения СКО случайной составляющей погрешности не должны превышать значений, указанных в приложении Б.

10.3 Газоанализатор 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 газоанализатора.

11 Оформление результатов поверки

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

11.2 Газоанализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению. При отрицательных результатах газоанализатор не допускают к применению.

11.3 Результаты поверки средства измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средства 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 газоанализатора

Таблица А.1. Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей, используемых при поверке газоанализатора Picarro G2401 зав. № 3783-CFKADS2390

Измеряемая величина	Диапазон измерений	Номинальное значение измеряемой величины в ГС, пределы допускаемого отклонения			Источник получения ГС
		ГС №1	ГС №2	ГС №3	
Объемная доля метана (CH ₄), млн ⁻¹	от 0 до 20	2 ± 2	10 ± 2	18 ± 2	Генератор газовых смесей ГГС мод. ГГС-Р в комплекте с ГСО 10768-2016 состава CH ₄ /воздух, ГСО 10768-2016 состава CO ₂ /воздух ГСО 10768-2016 состава CO/воздух
Объемная доля диоксида углерода (CO ₂), млн ⁻¹	от 0 до 1000	100 ± 100	500 ± 100	900 ± 100	
Объемная доля монооксида углерода (CO), млн ⁻¹	от 0 до 5	0,5 ± 0,5	2,5 ± 0,5	4,5 ± 0,5	

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

Приложение Б

(обязательное)

Диапазоны измерений, пределы допускаемой погрешности
газоанализатора

Таблица Б.1. Метрологические характеристики газоанализатора Picarro G2401 зав. № 3783-CFKADS2390

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объемной доли монооксида углерода, млн ⁻¹	от 0 до 5
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли монооксида углерода, %, в диапазоне от 0 до 3 млн ⁻¹ включ.	±10
Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений объемной доли монооксида углерода, %, в диапазоне св. 3 до 5 млн ⁻¹	±10
Предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности измерений объемной доли монооксида углерода, млн ⁻¹	0,015
Диапазон измерений объемной доли диоксида углерода, млн ⁻¹	от 0 до 1000
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли диоксида углерода, %, в диапазоне от 0 до 100 млн ⁻¹ включ.	±10
Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений объемной доли диоксида углерода, %, в диапазоне св. 100 до 1000 млн ⁻¹	±10
Предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности измерений объемной доли диоксида углерода, млн ⁻¹	0,05
Диапазон измерений объемной доли метана, млн ⁻¹	от 0 до 20
Пределы допускаемой основной приведенной ¹⁾ погрешности измерений объемной доли метана, %, в диапазоне от 0 до 1 млн ⁻¹ включ.	±10
Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений объемной доли метана, %, в диапазоне св. 1 до 20 млн ⁻¹	±10
Предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности измерений объемной доли метана, млн ⁻¹	0,001
¹⁾ Приведенная к верхнему пределу диапазона измерений	

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. Версия ПО _____
 3 Определение метрологических характеристик

Определяемый компонент	Диапазон измерений	Пределы допускаемой основной погрешности, %		Максимальное значение основной погрешности, полученное при поверке, %		Предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности измерений объёмной доли определяемого компонента	
		приведенная	относительная	приведенная	относительная	нормированная	полученная при поверке

4. Заключение _____

Поверитель _____