

СОГЛАСОВАНО

Заместитель руководителя ЛОЕИ

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»

В. А. Лапшинов

М.п. «19» 03 2024 г.



«ГСИ. Газоанализаторы хроматографические ГХП-ИМСС.
Методика поверки»

МП-825/03-2024

г. Чехов,
2024 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на газоанализаторы хроматографические ГХП-ИМСС (далее – газоанализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблицах В.1, В.2 Приложения В настоящей МП-825/03-2024.

1.3 Прослеживаемость при поверке газоанализатора 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.

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

2. Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций при поверке		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
Внешний осмотр	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1, 8.2
Опробование средства измерений	да	да	8.3
Проверка программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			10
Определение погрешности измерений концентрации определяемого компонента	да	да	10.1
Определение вариации показаний газоанализатора	да	нет	10.2
Определение времени установления показаний	да	нет	10.3
Оформление результатов поверки	да	да	11

2.2 Допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа измеряемых величин на основании письменного заявления владельца средства измерений (лица, предоставившего средство измерений на поверку). Сведения об объеме проведенной поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

2.3 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, поверку прекращают.

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
относительная влажность окружающего воздуха, %	от 30 до 80
атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106
мм.рт.ст.	от 630 до 795,0

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации на поверяемый газоанализатор, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику поверки, знающие правила эксплуатации электроустановок, правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, имеющие соответствующую квалификацию и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право проведения поверки средств физико-химических измерений.

4.2 Для получения результатов измерений, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего газоанализатор (под контролем поверителя).

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) п. 8.3 Опробование средства измерений п. 9 Проверка программного обеспечения	Средство измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью ± 0,5°С; - атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью: ± 0,5 кПа - относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 80 %, с абсолютной погрешностью ± 3 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 (рег. № 71394-18)
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Рабочий эталон 1-го разряда по Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «31» декабря 2020 г. № 2315	Генераторы газовых смесей ГГС мод. ГГС-Р, ГГС-Т, ГГС-К, ГГС-03-03 (рег. № 62151-15)
	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением - рабочие эталоны 0-го, 1-го, 2-го разряда по Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «31» декабря 2020 г. № 2315	Стандартные образцы состава газовых смесей ГСО в баллонах под давлением (Приложение А)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	ПНГ-азот по ГОСТ 9293-74 – особой чистоты сорт 1, 2	Азот газообразный в баллонах под давлением по ГОСТ 9293-74 – особой чистоты сорт 1, 2
	ПНГ-воздух по ТУ 20.11.13-020-20810646-2021 – марка Б	ПНГ - воздух в баллонах под давлением по ТУ 20.11.13-020-20810646-2021 – марка Б
	Средство измерений времени подачи ГС в диапазоне измерений (от 0 до 59,99 с; от 0 до 9 ч. 59 мин. 59,99 с). Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений времени $\pm (9,6 \times 10^{-6} \times T_x + 0,01)$ с, где T_x – значение измеренного интервала времени	Секундомер электронный Интеграл С-01 (рег.№ 44154-16)
	Вспомогательное техническое средство для контроля рабочего давления по ТУ26-05-90-87	Редуктор баллонный БКО-25-1*
	Вспомогательное техническое средство для контроля рабочего давления. РУ-150 атм. ИБЯЛ.306249.006	Вентиль точной регулировки*
	Вспомогательное техническое средство для соединения коммуникаций. Диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1,5 мм.	Трубка фторопластовая* по ТУ 6-05-2059-87

Примечания:

1) Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

2) 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 А;

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

3) 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/сертификаты.

6. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводится поверка, 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 техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно класса 1 по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

6.4 При работе с газовыми смесями и чистыми газами в баллонах под давлением, должны соблюдаться 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 года № 536.

6.5 Не допускается сбрасывать ПГС в атмосферу рабочих помещений.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений (царапин, вмятин и др.), загрязнений, следов коррозии, влияющих на работоспособность газоанализатора;
- исправность устройств управления;
- четкость надписей на лицевой панели;
- наличие маркировки в соответствии с описанием типа и эксплуатационной документацией.

7.2 Газоанализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если выполнены перечисленные выше требования.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Проверить соблюдение условий проведения поверки на соответствие раздела 3 настоящей МП-825/03-2024.

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 газоанализатор и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

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

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 При опробовании проверяют общее функционирование газоанализатора, для чего включают газоанализатор, после чего осуществляется процедура тестирования, а после этого газоанализатор переходит в режим измерений.

8.3.2 Результат опробования считается положительным, если после тестирования отсутствуют сообщения об ошибке и газоанализатор перешел в режим измерений.

9. Проверка программного обеспечения

9.1 Проверку идентификационных данных программного обеспечения газоанализатора проводят сравнением номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения с номером версии, указанным в описании типа газанализаторов.

9.2 Для проверки соответствия пользовательского ПО выполняют следующие операции: подключить газоанализатор через интерфейс USB (или RS-232) к USB-порту персональ-

ного компьютера. На ПК запустить управляющее программное обеспечение «ConturGaz». Нажать на вкладку «info», в появившемся окне отображается номер версии пользовательского программного обеспечения.

9.3 Проверка встроенного ПО газоанализатора не проводится, так как встроенное ПО недоступно для потребителя и может быть проверено, установлено, или переустановлено только на заводе-изготовителе с использованием специальных программно-технических средств.

9.4 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если идентификационные данные номера версии не ниже указанного в Описании типа газоанализаторов.

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

10.1 Определение погрешности измерений концентрации определяемого компонента

10.1.1 Определение погрешности измерений содержания определяемых компонентов газоанализатора

Определение погрешности измерений содержания определяемых компонентов газоанализатора проводят по схемам, приведенным в Приложении Б, рисунки Б.1, Б.2, при поочередной подаче на вход газоанализатора поверочных газовых смесей ГС (таблица А.1 приложения А, соответственно определяемому компоненту и диапазону измерений), в последовательности:

- №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3 в течение не менее утроенного $T_{0,9ном}$.

где:

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

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

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

В качестве источника ГС могут использоваться:

- баллоны с ГСО;

- баллоны с ГСО в комплекте с генератором газовых смесей, например – ГГС-03-03 (для разбавления промежуточной газовой смеси).

Подачу ГС на газоанализатор осуществляют посредством применения соответствующих фитинговых переходов и редуктора между газовыми баллонами, ротаметром и входом отбираемого газа на газоанализатор с расходом (400 ± 100) см³/мин. Время подачи определяется продолжительностью, равной не менее утроенного номинального времени установления показаний.

Время установления показаний отображено в Описании типа на газоанализатор.

10.1.2 Значение приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности (γ , %) газоанализатора, рассчитывают по формуле (1):

$$\gamma_i = \frac{C_{изм}^i - C_{эт}^i}{C_B} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где $C_{изм}^i$ – значение объемной доли определяемого компонента в i -ой точке, измеренное газоанализатором и отображаемое в ПО, %;

$C_{эт}^i$ – действительное значение объемной доли определяемого компонента в i -ой точке, %.

C_B – значение объемной доли определяемого компонента, соответствующее верхнему пределу диапазона измерений, %.

10.1.3 Результат проверки считать положительным, если полученные значения погрешности во всех точках проверки не превышают пределов, указанных в таблице В.1 Приложения В настоящей МП-825/03-2024.

10.2 Определение вариации показаний

10.2.1 Определение вариации показаний газоанализаторов

Определение вариации показаний газоанализаторов проводится одновременно с определением погрешности по п. 10.1.1 при подаче ГС № 2 (таблица А.1 приложения А).

Значение вариации показаний газоанализаторов v_γ , в долях от пределов допускаемой приведенной погрешности рассчитывают по формуле (2):

$$V_\gamma = \frac{C_6 - C_m}{C_B \cdot \gamma_d} \cdot 100, \quad (2)$$

где C_6 , C_m – результат измерений объемной доли определяемого компонента при подходе к точке проверки № 2 со стороны больших и меньших значений;

γ_d – пределы допускаемой приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности, %.

10.2.2 Результат проверки считать положительным, если вариация показаний газоанализатора не превышает 0,5 в долях от пределов допускаемой погрешности.

10.3 Определение времени установления показаний

10.3.1 Определение времени установления показаний допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1.1 при подаче ГС №1 и ГС №3 в следующем порядке:

- 1) подать на газоанализатор ГС № 3, зафиксировать установившееся значение показаний газоанализатора;
- 2) рассчитать значение, равное 0,9 от показаний газоанализатора, полученных в п. 1);
- 3) подать на газоанализатор ГС № 1, дождаться установления показаний газоанализатора (отклонение показаний от нулевых не должно превышать 0,5 в долях от пределов допускаемой основной погрешности), затем, не подавая ГС на газоанализатор продуть газовую линию ГС № 3 в течение не менее 3 мин, подать ГС на газоанализатор и включить секундомер. Зафиксировать время достижения показаниями газоанализатора значения, рассчитанного на предыдущем шаге.

10.3.2 Результат проверки считать положительным, если время установления показаний не превышает значений, указанных в таблице В.2 Приложения В настоящей МП-825/03-2024.

11. Оформление результатов поверки


11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, составленным в произвольной форме и содержащим результаты по разделам 7, 8, 9, 10 настоящей методики поверки.


11.2 Сведения о результатах поверки газоанализатора передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений, предусмотренным частью 3 статьи 20 Федерального закона № 102-ФЗ.

11.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке по установленной форме, соответствующей действующему законодательству в области обеспечения единства измерений.

11.4 При отрицательных результатах поверки газоанализатор 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 к применению средства измерений в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»
Инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»





Г.С. Володарская

И. А. Ситникова

Приложение А
(обязательное)

Технические характеристики ГС, используемых при проведении поверки

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

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, %	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента, пределы допускаемого отклонения			Пределы допускаемой основной погрешности аттестации, разряд	Номер ГС по реестру ГСО или Источник ГС ²⁾
		ГС №1 ¹⁾	ГС №2	ГС №3		
Водород (H ₂)	от 0 до 2,00	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	1 %± 5 % отн.	1,9 %± 5 % отн.	1 разряд	ГСО 10531-2014
Метан (CH ₄)	от 0 до 2,20	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	1,1 %±5 % отн.	2,09 %±5 % отн.	1 разряд	ГСО 10531-2014
Этан (C ₂ H ₆)	от 0 до 1,35	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	0,675 % ±5 % отн.	1,28 %± 5 % отн.	1 разряд	ГСО 10597-2015
Пропан (C ₃ H ₈)	от 0 до 0,85	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	0,425 % ±5 % отн.	0,81 % ±5 % отн.	1 разряд	ГСО 10540-2014
Бутан (C ₄ H ₁₀)	от 0 до 0,70	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	0,35 % ±5 % отн.	0,66 % ±5 % отн.	1 разряд	ГСО 10597-2015
Изобутан (i-C ₄ H ₁₀)	от 0 до 0,65	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	0,325 % ±5 % отн.	0,62 % ±5 % отн.	1 разряд	ГСО 10540-2014
Пентан (C ₅ H ₁₂)	от 0 до 0,70	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	0,35 % ±5 % отн.	0,66 % ±5 % отн.	1 разряд	ГСО 10599-2015
Изопентан (i-C ₅ H ₁₂)	от 0 до 0,70	ПНГ- азот	-	-	сорт 1-й	по ГОСТ 9293-74
		-	0,35 % ±5 % отн.	0,66 % ±5 % отн.	1 разряд	ГСО 10599-2015

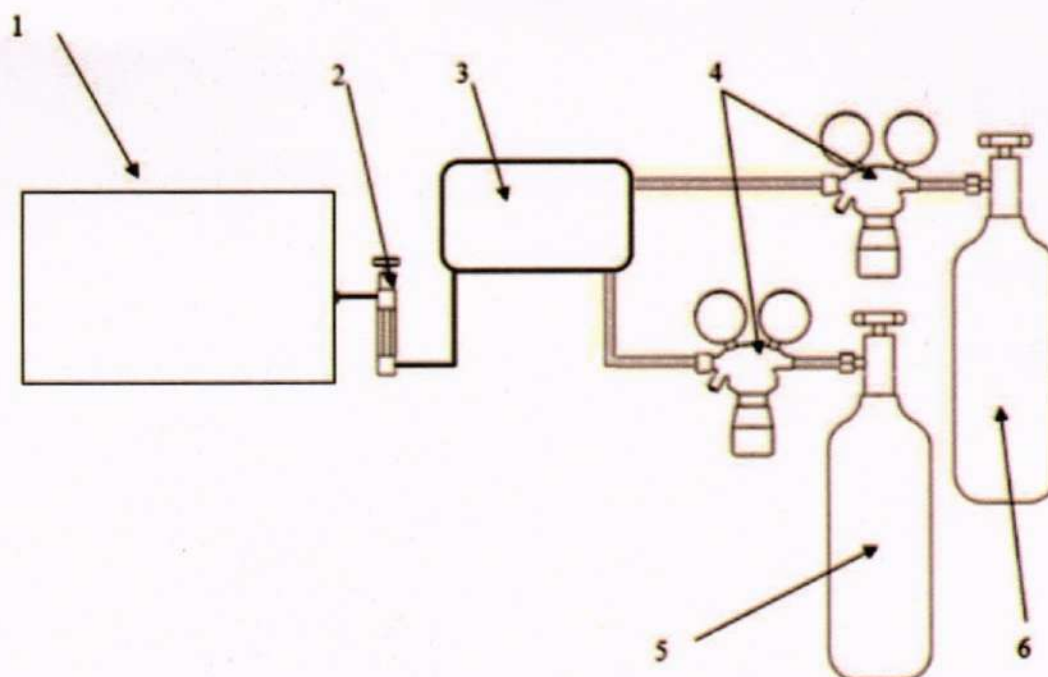
Окончание таблицы А.1

- 1) Допускается использование ПНГ- воздуха марки Б по ТУ 20.11.13-020-20810646-2021 вместо азота о.ч. сорт 1-й по ГОСТ 9293-74.
- 2) В качестве источника ГС могут быть использованы баллоны с ГСО в комплекте с генератором газовых смесей ГГС-03-03.

Приложение Б

(обязательное)

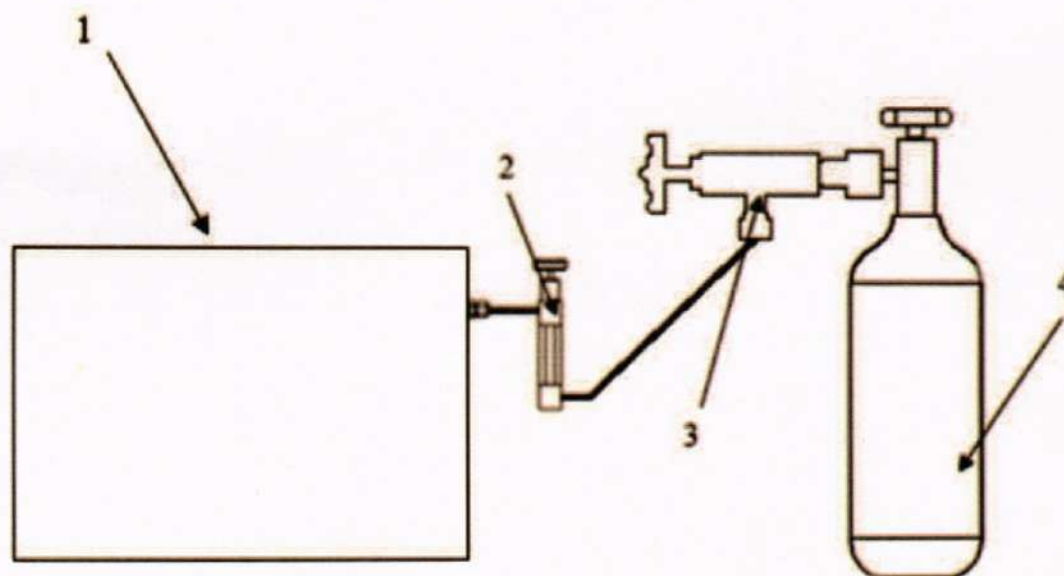
Схема подачи ГС на вход газоанализатора при проведении поверки



1 – поверяемый газоанализатор;
 2 – ротаметр (индикатор расхода);
 3 – генератор газовых смесей ГГС-03-03 (в качестве примера)

4 – регулятор давления;
 5 - баллон с ГСО-ПГС;
 6 – баллон с ПНГ

Рисунок Б.1 - Схема подачи ГС на вход газоанализатора с применением генератора газовых смесей



1 – поверяемый газоанализатор;
2 – ротаметр (индикатор расхода);

3 – вентиль точной регулировки;
4 – баллон с ГСО-ПГС.

Рисунок Б.2 - Схема подачи ГС на вход газоанализатора с применением ГСО-ПГС

Приложение В (обязательное)

Метрологические характеристики

Таблица В.1 – Метрологические характеристики газоанализаторов

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, %	Пределы допускаемой приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности, %
Водород (H_2)	от 0 до 2,00	± 10
Метан (CH_4)	от 0 до 2,20	± 10
Этан (C_2H_6)	от 0 до 1,35	± 10
Пропан (C_3H_8)	от 0 до 0,85	± 10
Бутан (C_4H_{10})	от 0 до 0,70	± 10
Изобутан (i- C_4H_{10})	от 0 до 0,65	± 10
Пентан (C_5H_{12})	от 0 до 0,70	± 10
Изопентан (i- C_5H_{12})	от 0 до 0,70	± 10

Таблица В.2 – Дополнительные метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Время установления показаний, мин, не более	2