

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
М.п.



« 02 » апреля 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**КОМПЛЕКС ПЕРЕНОСНОЙ ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИЙ
КПГ**

Методика поверки

МП-242-2393-2021

И.о. руководителя научно- исследовательского
отдела Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
_____ А.В. Колобова

Инженер _____ А.А. Нечаев

Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на комплекс переносной газоаналитический КПП и устанавливает методы и средства его первичной поверки при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методикой поверкой обеспечивается прослеживаемость к ГПЭ единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 путем компарирования с Государственным вторичным эталоном единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице 2.1.ZZB.0267.2018.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки на меньшем числе величин (определяемых компонентов) в соответствии с заявлением владельца, с обязательным указанием об объеме проведенной поверки. При проведении поверки на меньшем числе величин (определяемых компонентов) обязательно определение относительной погрешности измерений молярной доли и массовой концентрации для следующих компонентов: SO_2 , CO , NO .

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	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Опробование	8	Да	Да
2.1 Проверка общего функционирования	8.4	Да	Да
2.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда	8.5	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик	10	Да	Да
4.1 Проверка диапазонов измерений и определение относительной погрешности измерений молярной доли и массовой концентрации определяемых компонентов	10.1	Да	Да
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да

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 соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность окружающей среды, % не более 90;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с комплексом и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ Р 52931-2008, приказом Росстандарта от 14 декабря 2018 № 2664, руководством по эксплуатации комплекса и эталонных средств измерений, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки. Требования к средству поверки. Основные метрологические или технические характеристики.
10	Прибор комбинированный Testo-622, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,0$ %, диапазон измерений температуры от -10 до $+60$ оС, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,4$ °С, диапазон измерений атмосферного давления от -300 до 1200 гПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 3,0$
10	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм
10	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм
10.1	Государственный вторичный эталон единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице, рег № 2.1.ZZB.0267.2018
10.1	Поверочный нулевой газ –воздух по ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный по ГОСТ 9293—74
10.1	Стандартные образцы состава – газы смеси в баллонах под давлением ГСО 10546-2014 (CO/N ₂ , NO/N ₂ , NO ₂ /N ₂ , SO ₂ /N ₂ , HCl/N ₂ , HF/N ₂ , NH ₃ /N ₂), ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂ , CH ₄ /N ₂), ГСО 10546-2014 SO ₂ /CO/NO/N ₂ (Приложение А) ¹⁾
10.1	Технический чистый газ диоксид углерода по ГОСТ 8050-85
10.1	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

¹⁾ Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в Приложении А, при выполнении следующих условий:

- номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС из таблицы Приложения А;
- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой погрешности поверяемого комплекса, должно быть не более 1/2.

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик комплекса с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки, приведенные в п. 5.1, должны иметь сведения о поверке в Федеральном информационном фонде.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Содержание вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.2 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

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 опасных производственных объектов,

на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением", утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

6.4 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.5 К поверке допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на комплекс и прошедшие необходимый инструктаж.

6.6 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие комплекса требованиям РЭ по комплектности и маркировке. На корпусе газоанализатора МСА 10 m и элементов блока отбора и подготовки газовой пробы не должно быть вмятин, нарушения покрытия, коррозионных пятен и других дефектов.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

1) подготавливают комплекс КПП к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации;

2) проверяют наличие паспортов и сроки годности поверочных газовых смесей (далее - ПГС);

3) баллоны с ПГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемый газоанализатор - в течение 2 ч;

4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

5) включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.2 При проверке диапазонов измерений и определении относительной погрешности объемной доли и массовой концентрации для всех измеряемых компонентов собирают газовую следующую схему

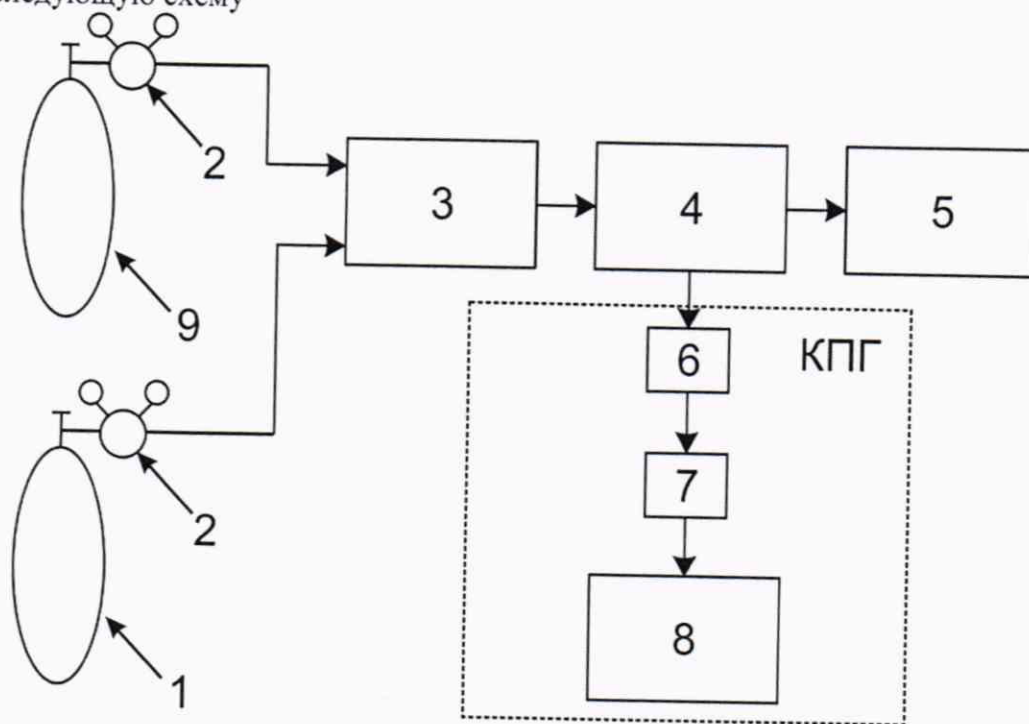


Рис. 1 Газовая схема для проверки диапазонов измерений и определении относительной погрешности объемной доли и массовой концентрации измеряемых компонентов

1 – баллон с ГСО-ПГС

2 – редуктор

3 – генераторный блок ГГС-РМ вторичного эталона

4 – рабочая обогреваемая камера вторичного эталона

5 – газоаналитический блок вторичного эталона

6 - пробоотборный зонд комплекса КПП

7 – обогреваемая линия комплекса КПП

8 – анализатор МСА 10 m комплекса КПП

9 – баллон с газом- разбавителем

Баллоны с ГСО (1) и газом разбавителем (9) подсоединяются к генераторному блоку ГГС-РМ (3), приготовленная блоком газовая смесь по обогреваемой линии поступает в рабочую обогреваемую камеру вторичного блока (4), по установленному в камеру пробоотборному зонду ГС по обогреваемой линии поступает на анализатор МСА 10 m комплекса КПП. Так же одновременно ГС поступает на газоаналитический блок вторичного эталона.

8.3 Перед проведением поверки должна быть проведена корректировка нулевых показаний и чувствительности в соответствии с РЭ на газоанализатор МСА 10 m. В процессе поверки проведение указанных операций не допускается.

8.4 Проверка общего функционирования комплекса

Включают мобильный многокомпонентный анализатор МСА 10 m в соответствии с РЭ на прибор. Запускают программу внешнего управления газоанализатором и ожидают окончания прогрева (около 2 ч). Включают блок терморегулирования для зонда и греющей линии.

Результат проверки общего функционирования считают положительным, если:

- после окончания прогрева в программе внешнего управления отсутствуют сообщения об ошибках и появляется главное меню, информация о газоанализаторе и конфигурация компонентов;

- на блоке терморегулирования для зонда и греющей линии отображаются температуры нагрева зонда и обогреваемой линии, отсутствует индикация об ошибках.

8.5 Проверка герметичности пробоотборного зонда

Проверка осуществляется с использованием ПНГ (азот газообразный в баллоне под давлением по ГОСТ 9293-74) и ГСО O_2/N_2 ($1 \pm 0,1$) %. Подачу ГС проводят в соответствии с РЭ на газоанализатор МСА 10 m.

Указанные ПГС подаются непосредственно на вход газоанализатора МСА 10 m и фиксируются показания газоанализатора по каналу кислорода.

К пробоотборному зонду подсоединяется пробоотборная линия. Выходной штуцер обогреваемой линии соединяется в входным штуцером газоанализатора.

Указанные ПГС подаются на вход пробоотборного зонда.

Результаты считаются положительными, если изменение показаний газоанализатора МСА 10 m не превышает:

0,3 % об. (при подаче ПНГ) и

5 % отн. (при подаче ГСО O_2/N_2 ($1,0 \pm 0,1$) %).

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 При проверке программного обеспечения комплекса КПП необходимо проверить номера версии встроенного и автономного программного обеспечения (далее – ПО) мобильного многокомпонентного анализатора МСА 10 m.

9.2 Для вывода номеров версии встроенного и автономного программного обеспечения газоанализатора МСА 10 m следует:

- включить и прогреть анализатор МСА 10 m согласно руководству по эксплуатации.

- запустить программу управления анализатором «МСА10m_HID.exe»

Номера версии встроенного и автономного программного обеспечения должны отображаться в правом углу окна программы в строчке «software version»:

device type :	MCA10
serial number :	20344
software version :	V 1.14 1.15 1.15
date of manufacture:	2020/02/01

Первое сочетание цифр после символа «V» в формате «X.XX» должно быть номером версией автономного ПО (MCA10m PC-Software).

Далее после символа разделения «|» должен быть номер версии встроенного ПО материнской платы (MCA10m Mainboard).

Затем после символа разделения «|» должен быть номер версии встроенного ПО контроллера (MCA10m Controller).

9.3 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными, если номера версий встроенного и автономного ПО соответствует указанному в описании типа на комплекс.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительной погрешности проводится путем компарирования с Государственным вторичным эталоном единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \cdot 10^{-6}$ до $500000 \cdot 10^{-6}$ и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице 2.1.ZZB.0267.2018.

Определение относительной погрешности проводится при подаче нагретых и увлажненных парогазовых смесей (далее - ПГС) (ГСО 10546-2014 (CO/N₂, NO/N₂, NO₂/N₂, SO₂/N₂, HCl/N₂, HF/N₂, NH₃/N₂), ГСО 10531-2014 (O₂/N₂, CH₄/N₂), ГСО 10546-2014 SO₂/CO/NO/N₂ в баллонах под давлением) с температурой 180 °С и относительной влажностью 3 и 30 %, последовательности: №№ 1 – 2 – 3 (таблица 1 приложение А) на вход пробоотборного зонда с обогреваемой линией и считывании показаний с газоанализатора МСА 10 m.

Увлажненные ПГС подаются с помощью генераторного блока ГГС-РМ, входящего в комплект вторичного эталона, в соответствии с руководством по эксплуатации Хд 1.456.522.

Для испытаний по определению относительной погрешности измерений объемной доли CO₂/N₂ используется генераторный блок ГГС-РМ для создания эталонной влажной парогазовой смеси (CO₂ / N₂) с температурой 180 °С и относительной влажностью 3 и 30 %, последовательности: №№ 1 – 2 – 3 (таблица 1 приложение А). В качестве чистого газа для разбавления целевого компонента CO₂ используют технический чистый диоксид углерода (по ГОСТ 8050-85).

Для испытаний по определению относительной погрешности измерений объемной доли воды (H₂O) используют генераторный блок ГГС-РМ в соответствии с руководством по эксплуатации Хд 1.456.522 для создания эталонной влажной парогазовой смеси (H₂O / N₂) в последовательности 1 – 2 – 3 (таблица 1 приложение А).

Одновременно проводят подачу ГС на стационарный высокоточный газоаналитический блок ВТГАБ-РМ, входящий в комплект вторичного эталона, для определения действительного значения массовой концентрации компонентов в ГС в соответствии с руководством по эксплуатации Хд 1.456.523 РЭ.

Относительную погрешность канала (δ , %) вычисляют по формуле:

$$\delta = \frac{C_i - C_d}{C_d} \cdot 100 \quad (1)$$

C_i – показания мобильного многокомпонентного анализатора МСА 10 m, входящего в состав комплекса КПП, при подаче ГС, мг/м³ (% об.);

C_d – действительное значение массовой концентрации определяемого компонента в ГС, определенное на вторичном эталоне, мг/м³ (% об.).

Результаты определения считают положительными, если полученные значения суммарной относительной погрешности не превышают значений, указанных в таблице 1 приложения Б.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Проверяется соответствие полученных значений относительной погрешности измерений объемной доли и массовой концентрации для всех измеряемых компонентов комплекса переносного газоаналитического КПП установленным метрологическим требованиям в Приказе Росстандарта от 31.12.2020 г. №2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах» для рабочих эталонов 1-го разряда.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в приложении В.

12.2 Комплекс удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца комплекса выдают свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей, используемых при испытаниях комплекса КПП

Таблица 1

Наименование величины	Определяемый целевой компонент	Диапазон измерений массовой концентрации (мг/м ³), молярной доли (%)	Номинальное значение массовой концентрации определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³ /%			Источник получения ГС ²⁾ (Номер ГСО)
			ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	
Массовая концентрация	CO	от 50 до 5000	ПНГ	55±5	4500±400	ГСО 10546-2014 (CO/N ₂)
	NO	от 25 до 300 включ. св. 300 до 3000	ПНГ	300±30	2700±200	ГСО 10546-2014 (NO/N ₂)
	NO ₂	от 25 до 500	ПНГ	30±3	475±25	ГСО 10546-2014 (NO ₂ /N ₂)
	SO ₂	от 10 до 50 включ. св. 50 до 200	ПНГ	50±5	180±20	ГСО 10546-2014 (SO ₂ /N ₂)
		св. 200 до 5000	ПНГ	250±25	4500±400	
	NH ₃	от 5 до 20 включ. св. 20 до 100	ПНГ	20±2	80±10	ГСО 10546-2014 (NH ₃ /N ₂)
		св. 100 до 500	ПНГ	110±10	450±40	
	HCl	от 50 до 500 включ. св. 500 до 3000	ПНГ	500±50	2700±200	ГСО 10546-2014 (HCl/N ₂)
	HF	от 2 до 10 включ. св. 10 до 100	ПНГ	10±1	90±10	ГСО 10546-2014 (HF/N ₂)
CH ₄	от 25 до 100 включ. св. 100 до 1000	ПНГ	100±10	900±100	ГСО 10531-2014 (CH ₄ /N ₂)	
Молярная доля	CO ₂	от 1 до 20 % включ. св. 20 до 50 %	ПНГ	20±2 %	45±5 %	Технический чистый CO ₂ по ГОСТ 8050-85
	O ₂	от 0 до 5 % включ. св. 5 до 25 %	ПНГ	5±1 %	19±2 %	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂)
	H ₂ O	от 1 до 10 % включ. св. 10 до 40 %	ПНГ	10±1 %	35±5 %	Генераторный блок ГГС-PM
¹⁾ ПНГ - поверочный нулевой газ –азот газообразный по ГОСТ 9293-74 ²⁾ Допускается использование многокомпонентной ГС SO ₂ /CO/NO/N ₂ (ГСО 10546-2014)						

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование величины	Определяемый компонент	Диапазон измерений	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
Массовая концентрация	Оксид углерода (СО)	от 50 до 5000 мг/м ³	±7,0
	Оксид азота NO	от 25 до 300 мг/м ³ включ.	±10,0
		св. 300 до 3000 мг/м ³	±5,0
	Диоксид азота NO ₂	от 25 до 500 мг/м ³	±10,0
	Диоксид серы SO ₂	от 10 до 50 мг/м ³ включ.	±(13-0,1·Y)
		св. 50 до 200 мг/м ³ включ.	±(9-0,02·Y)
		св. 200 до 5000 мг/м ³	±5,0
	Хлористый водород HCl	от 50 до 500 мг/м ³ включ.	±(7,2-0,0044·Y)
		св. 500 до 3000 мг/м ³	±5,0
	Аммиак NH ₃	от 5 до 20 мг/м ³ включ.	±(13,4-0,26·Y)
св. 20 до 100 мг/м ³ включ.		±(8,8-0,04·Y)	
св. 100 до 500 мг/м ³		±5,0	
Метан CH ₄	от 25 до 100 мг/м ³ включ.	±(6,1-0,01·Y)	
	св. 100 до 1000 мг/м ³	±5,0	
Фтористый водород HF	от 2 до 10 мг/м ³ включ.	±(13,8-0,88·Y)	
	св. 10 до 100 мг/м ³	±5,0	
Молярная доля	Вода H ₂ O	от 1 до 10 % включ.	±(10,56-0,56·Y)
		св. 10 до 40 %	±5,0
	Диоксид углерода CO ₂	от 1 до 20 % включ.	±(6,16-0,16·Y)
		св. 20 до 50 %	±3,0
Кислород O ₂	от 1 до 5 % включ.	±(4,5-0,5·Y)	
	св. 5 до 25 %	±2,0	

Таблица 2 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение				
Номинальное значение температуры пробоотборного зонда и обогреваемой линии, °С	180				
Отклонение температуры зонда и обогреваемой пробоотборной линии от заданного значения, °С, не более	±3				
Габаритные размеры, мм, не более	MCA 10 m	Блок ETL.197. 100.4700	ETL GSL	ETL PGSP	
		– высота	250	-	232
		– ширина	200	-	391
		– длина	140	7000	105
		– диаметр	-	80	-
Масса, кг, не более	50	4	6	5	
Средняя наработка на отказ, ч	5000				
Средний срок службы, лет	5				
Параметры электрического питания:					
– напряжение переменного тока, В	220±22				
– частота переменного тока, Гц	50±1				
Потребляемая мощность, В·А, не более	2500				

Наименование характеристики	Значение
Номинальное значение температуры пробоотборного зонда и обогреваемой линии, °С	180
Отклонение температуры зонда и обогреваемой пробоотборной линии от заданного значения, °С, не более	±3
Условия эксплуатации: – температура окружающего воздуха, °С – атмосферное давление, кПа – относительная влажность (без конденсации влаги), %	от +5 до +40 от 84 до 106 не более 90
Условия эксплуатации пробоотборного зонда с обогреваемой линией: – температура окружающего воздуха, °С – атмосферное давление, кПа – относительная влажность (без конденсации влаги), %	от -20 до +60 от 84 до 106 не более 90
Условия транспортирования: – температура окружающего воздуха, °С – атмосферное давление, кПа – относительная влажность (без конденсации влаги), %	от -10 до +40 от 84 до 106 не более 90

Протокол поверки комплекса КПП

Зав.№ 20344

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

1. температура окружающего воздуха _____ °С;
2. атмосферное давление _____ кПа;
3. относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

2.1 Проверка общего функционирования _____

2.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда _____

2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения _____

3 Определение метрологических характеристик

3.1 Определение основной относительной погрешности комплекса КПП

Определяе- мый компо- нент	Диапазоны измере- ний	Пределы допускаемой относительной погреш- ности	Максимальные значения относительной погрешности, %

Заключение _____

Поверитель _____