

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

"25" июня 2019 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Газоанализаторы кислорода GPR модели GPR-1500, GPR-2500
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2338-2019

Заместитель руководителя
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"
А.В. Колобова
" " " 2019 г.

Разработал
руководитель лаборатории
Т.Б. Соколов

г. Санкт-Петербург
2019 г.

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы кислорода GPR модели GPR-1500, GPR-2500 (в дальнейшем – газоанализаторы), выпускаемые фирмой «Analytical Industries Inc.», США, и устанавливает методику их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

Примечания

1) При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки на меньшем числе диапазонов измерений.

1 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2		
2.1 Проверка общего функционирования газоанализатора	6.2.1	да	да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
3 Определение метрологических характеристик газоанализатора	6.4		
- определение основной приведенной погрешности	6.4.1	да	да
- определение вариации выходного сигнала	6.4.2	да	нет
- определение времени установления показаний *	6.4.3	да	нет

* - операция не проводится для газоанализаторов с диапазоном измерений объемной доли кислорода от 0 до 10 млн⁻¹.

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

2 Средства поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6	Прибор комбинированный Testo 622, диапазон измерений температуры от -10 до +60 °С, относительной влажности от 10 до 95 %, атмосферного давления от 300 до 1200 гПа

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6.4	<p>Секундомер механический СОПр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2</p> <p>Поверочный нулевой газ азот по ТУ 6-21-39-79 или азот особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74 в баллонах под давлением</p> <p>Стандартные образцы состава газовые смеси O₂/N₂ (10531-2014) в баллонах под давлением. Технические характеристики ГС приведены в Приложении А ¹⁾</p> <p>Рабочий эталон 1-го разряда в соответствии с приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664 - генератор микроконцентраций кислорода ГК-500 (ФИФ № 34953-12), диапазон воспроизводимых значений объемной доли кислорода от 0,1 до 500 млн⁻¹, пределы допускаемой относительной погрешности от ±10 до ±2 %</p> <p>Ротаметр РМ-А-0,16Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,16 м³/ч, кл. точности 4 *</p> <p>Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95 * или Редуктор CYL-1 производства «GO Regulator» с металлической мембраной, специализированный для работы с чистыми газами, максимальное давление на входе 250 кгс/см², максимальное выходное давление 5 кгс/см² * ¹⁾</p> <p>Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм* или Трубка из нержавеющей стали бесшовная с наружным диаметром 1/4" * ¹⁾</p> <p>Кран трехходовой из нержавеющей стали SS-43GXS4, соединения для трубки 1/4", изготовитель Swagelok, США</p> <p>Вентиль точной регулировки SS-1RS4, соединения для трубки 1/4", изготовитель Swagelok, США</p> <p>Вольтметр цифровой универсальный В7-65, ТУ РБ 14559587.038, диапазон измерения силы постоянного тока до 2 А; силы переменного тока до 2 А; сопротивления постоянному току 2 ГОм; постоянного напряжения до 1000 В; переменного напряжения до 700 В</p>

¹⁾ При поверке газоанализаторов с диапазонами измерений объемной доли кислорода от 0 до 100 млн⁻¹ и менее подачу ГС осуществляют при помощи трубки из нержавеющей стали и редуктора CYL-1 или аналогичного, при поверке газоанализаторов с диапазоном измерений объемной доли кислорода от 0 до 1000 млн⁻¹ и выше подачу ГС осуществляют при помощи трубки из нержавеющей стали или фторопласта и редуктора БКО-50-4 с вентилем точной регулировки или аналогичного.

2.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик газоанализаторов с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*», должны иметь действующие свидетельства о поверке, поверочные газовые смеси в баллонах под давлением – действующие паспорта.

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 А;
- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого газоанализатора, должно быть не более 1/3.

Информация о стандартных образцах состава газовых смесей утвержденного типа доступна на сайте Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

3 Требования безопасности

3.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

3.2 Содержание вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.3 При применении газовых смесей с объемной долей кислорода свыше 23 %, содержание жировых загрязнений на внутренней поверхности газового тракта должно быть не более $5 \cdot 10^{-4}$ кг/м². Методы определения – по ГОСТ 12.2.052-81.

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

3.5 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" (утверждены приказом Ростехнадзора № 116 от 25.03.2014 г.).

4 Условия поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающей среды, °С	20±5;
– относительная влажность окружающей среды, %	от 30 до 80;
– атмосферное давление, кПа	101,3±3,3;
– напряжение питания постоянным током, В	от 18 до 24.

5 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

1) проверяют комплектность газоанализатора в соответствии с его эксплуатационной документацией (при первичной поверке);

2) подготавливают газоанализатор к работе в соответствии с требованиями с его эксплуатационной документации;

3) проверяют наличие паспортов и сроки годности ГС;

4) баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение не менее 24 ч, поверяемые газоанализаторы – 4 ч;

5) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализаторов следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- четкость надписей на лицевой панели;
- маркировка должна соответствовать требованиям эксплуатационной документации.

Анализаторы считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

6.2 Опробование

При опробовании проводят проверку общего функционирования газоанализатора в следующем порядке:

1) включают электрическое питание анализатора;

2) выдерживают газоанализатор во включенном состоянии в течение времени прогрева;

Примечание – для газоанализаторов с диапазонами измерения объемной доли кислорода от 0 до 100 млн⁻¹ и менее рекомендуется продувать газовый тракт азотом особой чистоты по ГОСТ 9293-74 в соответствии с указаниями эксплуатационной документации.

3) фиксируют показания дисплея газоанализатора по окончании времени прогрева.

Результат опробования считают положительным, если по окончании времени прогрева отсутствует сигнализация об отказах, на дисплей газоанализатора выводится измерительная информация.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) газоанализаторов проводится путем проверки соответствия ПО газоанализаторов, представленных на поверку, тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

6.3.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

– проводят визуализацию идентификационных данных ПО, установленного в газоанализатор, номера версий встроенного ПО отображаются на дисплее анализатора при включении электрического питания.

– сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в описании типа газоанализаторов.

6.3.3 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если идентификационные данные (номера версий программного обеспечения) не ниже указанных в Описании типа газоанализаторов (приложение к Свидетельству об утверждении типа).

6.4 Определение метрологических характеристик газоанализатора

6.4.1 Определение основной приведенной погрешности

Определение основной приведенной погрешности газоанализатора проводят в следующем порядке:

1) На входной штуцер анализатора подают ГС (таблица А.1 Приложения А, соответственно диапазону измерений объемной доли кислорода) согласно рисунку Б.1 Приложения Б в последовательности:

– №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3 – при первичной поверке;

– №№ 1 – 2 – 3 – при периодической поверке.

Расход ГС устанавливают равным (1,0±0,2) дм³/мин в соответствии с указаниями эксплуатационной документации и контролируют по ротаметру, подключенному на выходной штуцер газоанализатора.

Время подачи каждой ГС не менее утроенного предела допускаемого времени установления выходного сигнала по уровню 0,9.

2) Фиксируют установившиеся показания дисплея газоанализатора и измерительного прибора, подключенного к аналоговому выходу газоанализатора при подаче каждой ГС.

3) По показаниям измерительного прибора, подключенного к аналоговому выходу (4–20) мА газоанализатора, рассчитывают результат измерений объемной доли кислорода C_i , % или млн⁻¹, на входе анализатора по формуле

$$C_i = \frac{C_6}{16} (I_i - 4) \quad (1)$$

где I_i – установившееся значение токового выходного сигнала при подаче i -й ГС, мА;

C_6 – верхняя граница поверяемого диапазона измерений объемной доли кислорода, соответствующая значению токового выхода 20 мА, % или млн⁻¹.

4) Значение основной приведенной погрешности газоанализатора по измерительному каналу объемной доли кислорода γ_i , %, в каждой точке поверки определяют по формуле

$$\gamma_i = \frac{C_i - C_i^{\partial}}{C_{\partial} - C_n} \cdot 100 \quad (2)$$

где C_i - результат измерений (по показаниям дисплея и рассчитанный по выходному аналоговому сигналу по формуле (1)) объемной доли кислорода при подаче i -й ГС, % или млн⁻¹;
 C_i^{∂} - действительное значение объемной доли кислорода в i -ой ГС, % или млн⁻¹;
 C_{∂}, C_n - верхняя и нижняя границы поверяемого диапазона измерений объемной доли кислорода, % или млн⁻¹.

Результат определения основной приведенной погрешности газоанализатора считается положительным, если основная приведенная погрешность анализатора в каждой точке поверки не превышает пределов, приведенных в Приложении В.

6.4.2 Определение вариации показаний газоанализатора

Значение приведенной вариации показаний газоанализатора по измерительному каналу объемной доли кислорода ν_{γ} , в долях от пределов допускаемой основной приведенной погрешности, рассчитывают по формуле

$$\nu_{\gamma} = \frac{C^{\partial} - C^m}{(C_{\partial} - C_n) \cdot \gamma_{\partial}} \cdot 100, \quad (3)$$

где C^{∂}, C^m - результат измерения объемной доли кислорода в точке поверки 2 при подходе к точке поверки со стороны больших и меньших значений, % или млн⁻¹;
 γ_{∂} - пределы допускаемой основной приведенной погрешности газоанализатора в поверяемом диапазоне измерений, %.

Результаты определения вариации показаний считаются положительными, если она не превышает 0,5 в долях от пределов допускаемой основной приведенной погрешности.

6.4.3 Определение времени установления показаний

Определение времени установления показаний газоанализатора допускается проводить одновременно с определением основной приведенной погрешности по измерительному каналу объемной доли кислорода по п.6.4.1 при подаче ГС №№ 1, 3 в следующем порядке:

- подают на входной штуцер газоанализатора ГС № 1, дожидаются установления выходного сигнала анализатора;
- подают на входной штуцер газоанализатора ГС № 3, фиксируют установившееся значение выходного сигнала анализатора;

Примечание – для газоанализаторов с диапазонами измерений объемной доли кислорода от 0 до 1000 млн⁻¹ и менее для переключения между ГС № 1 и № 3 следует использовать трехходовой газовый кран из нержавеющей стали, установленный на входе анализатора. Газовые линии до трехходового крана должны быть заранее заполнены ГС №1 и № 3 соответственно. Длина газовой линии для каждой ГС до входного штуцера анализатора должна быть не более 1,0 м.

- рассчитывают значение, равное 0,9 установившегося значения;
- подают на входной штуцер газоанализатора ГС № 1, дожидаются установления выходного сигнала газоанализатора, затем подают на входной штуцер ГС № 3 и включают секундомер. Фиксируют время достижения выходным сигналом газоанализатора значения, рассчитанного на предыдущем шаге.

Результат определения времени установления выходного сигнала считают положительным, если время установления показаний не превышает 10 с.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

7.2 Результатом поверки является подтверждение пригодности средства измерений к применению или признание средства измерений непригодным к применению. Если газоанализатор по результатам поверки признан пригодным к применению, то на него или техническую документацию наносится отпечаток поверительного клейма или выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 Если газоанализатор по результатам поверки признан непригодным к применению, то выписывается извещение о непригодности установленной формы.

7.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Приложение А
(обязательное)

Технические характеристики ГС, используемых для поверки газоанализаторов

Таблица А.1 - Технические характеристики ГС, используемых для поверки газоанализаторов

Диапазон измерений объемной доли кислорода	Номер ГС	Состав ГС	Номинальное значение объемной доли кислорода допустимого отклонения	Пределы допускаемой погрешности, млн ⁻¹	ГОСТ, ТУ, рег. № в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений
от 0 до 10 млн ⁻¹	1	O ₂ - азот	0,5·10 ⁻⁵ % ± 30 % отн.	±5 % отн.	ГСО 10531-2014
	2	O ₂ – азот	5·10 ⁻⁴ % ± 20 % отн.	±5 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ - азот	9·10 ⁻⁴ % ± 20 % отн.	±5 % отн.	ГСО 10531-2014
от 0 до 100 млн ⁻¹	1	O ₂ - азот	5·10 ⁻⁴ % ± 20 % отн.	±5 % отн.	ГСО 10531-2014
	2	O ₂ – азот	5·10 ⁻³ % ± 10 % отн.	±2,5 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ - азот	9·10 ⁻³ % ± 10 % отн.	±2,5 % отн.	ГСО 10531-2014
от 0 до 1000 млн ⁻¹	1	азот	-	-	о.ч., сорт 1 по ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	5·10 ⁻² % ± 10 % отн.	±2,5 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	9·10 ⁻² % ± 10 % отн.	±2,5 % отн.	ГСО 10531-2014
от 0 до 1%	1	азот	-	-	о.ч., сорт 1 или 2 по ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	0,50 % ± 5 % отн.	±1,5 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	0,95 % ± 5 % отн.	±1,5 % отн.	ГСО 10531-2014
от 0 до 5%	1	азот	-	-	о.ч., сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	2,5 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	4,75 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10531-2014
от 0 до 10 %	1	азот	-	-	о.ч., сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	5 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	9,5 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10531-2014

Диапазон измерений объемной доли кислорода	Номер ГС	Состав ГС	Номинальное значение объемной доли кислорода допускаемого отклонения	Пределы допускаемой погрешности, млн ⁻¹	ГОСТ, ТУ, рег. № в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений
от 0 до 25 %	1	азот	-	-	о.ч., сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	12,5 % ± 3 % отн.	±0,6 % отн.	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	24 % ± 3 % отн.	±0,6 % отн.	ГСО 10531-2014

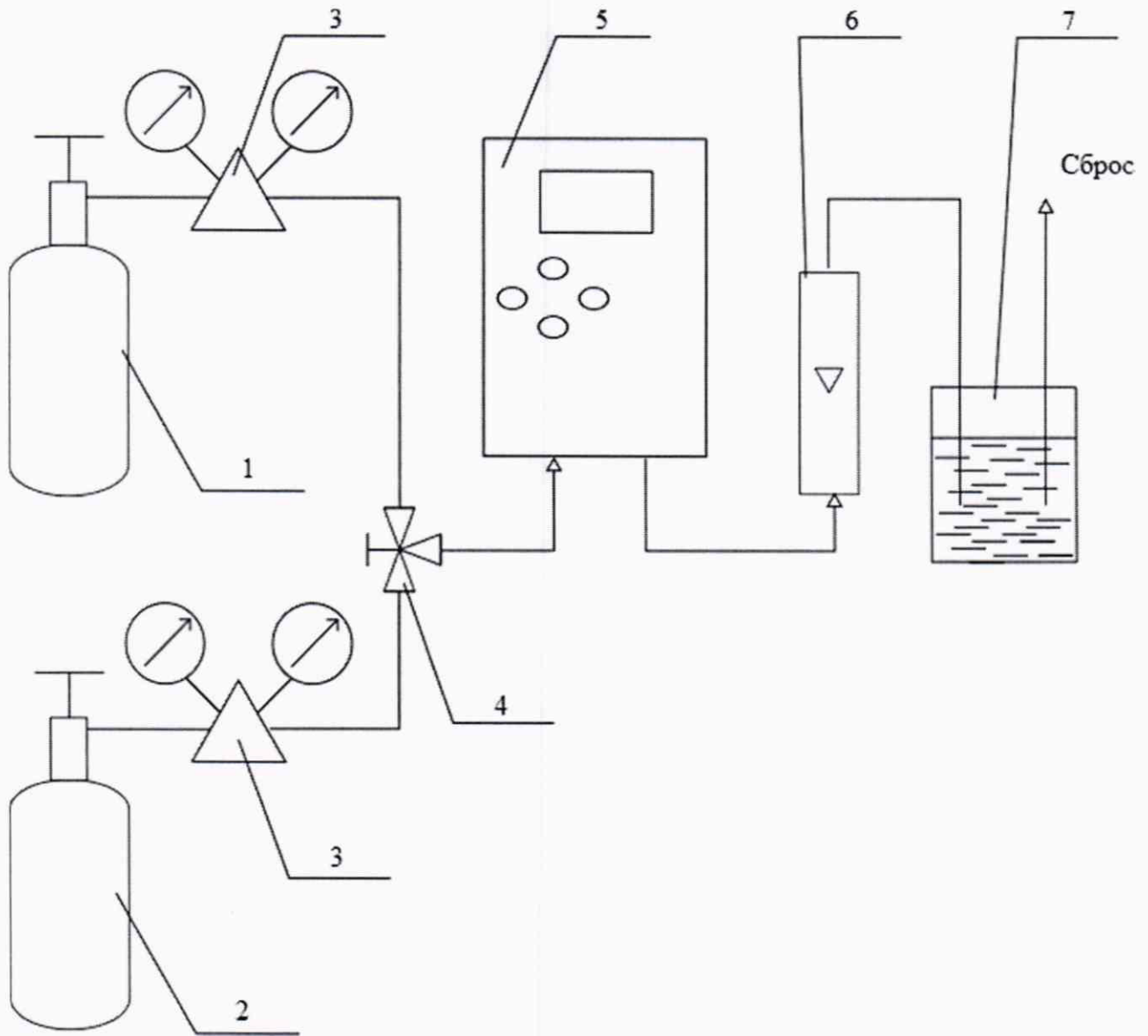
Примечания:

1) Изготовители и поставщики ГС - предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016

2) Для поверки газоанализаторов в диапазонах измерений объемной доли кислорода от 0 до 10 млн⁻¹ и от 0 до 100 млн⁻¹ допускается использование газовых смесей состава кислород-азот, получаемых от генератора кислорода ГК-500 (рег. № 34953-12).

Приложение Б
(рекомендуемое)

Рекомендуемая схема подачи ГС на газоанализаторы при проведении поверки



- 1 – источник ГС (баллон или генератор ГК-500);
- 2 – баллон с нулевым газом;
- 3 – редуктор (только для баллона);
- 4 – кран трехходовой;
- 5 – газоанализатор (показан условно);
- 6 – индикатор расхода (ротаметр);
- 7 – гидрозатвор.

Примечания:

- 1) При поверке газоанализаторов с диапазонами измерений объемной доли кислорода от 0 до 100 млн^{-1} и менее подачу ГС осуществляют при помощи трубки из нержавеющей стали и редуктора СУЛ-1 или аналогичного, при поверке анализаторов с диапазоном измерений объемной доли кислорода от 0 до 1000 млн^{-1} и выше подачу ГС осуществлять при помощи трубки из нержавеющей стали или фторопласта и редуктора БКО-50-4 с вентилем точной регулировки или аналогичного.
- 2) Гидрозатвор 5 обязательно использовать при проведении поверки анализаторов с диапазоном измерений объемной доли кислорода от 0 до 10 млн^{-1} .

Рисунок А.1 - Рекомендуемая схема подачи ГС на газоанализаторы при проведении поверки

Приложение В
(обязательное)

Основные метрологические характеристики газоанализаторов

Таблица В.1 – Основные метрологические характеристики газоанализаторов

Обозначение модели газоанализатора	Диапазон измерений объемной доли кислорода ^{1), 2)}	Пределы допускаемой основной приведенной погрешности, %
GPR-1500	от 0 до 10 млн ⁻¹	±15
	от 0 до 100 млн ⁻¹	±15
	от 0 до 1000 млн ⁻¹	±10
	от 0 до 1 %	±6
	от 0 до 25 %	не нормированы ³⁾
GPR-2500	от 0 до 1 %	±6
	от 0 до 5 %	±3
	от 0 до 10 %	±3
	от 0 до 25 %	±2

¹⁾ Газоанализаторы обеспечивают возможность работы в одном фиксированном по выбору пользователя диапазоне измерений или автоматическое переключение между диапазонами в зависимости от значения измеряемой величины.

²⁾ Наименьший разряд индикации дисплея газоанализаторов 0,01 млн⁻¹ для GPR-1500, 0,001 % для GPR-2500.

³⁾ Используется для настройки показаний газоанализатора по чистому атмосферному воздуху.