

СОГЛАСОВАНО:
Заместитель руководителя ЛОЕИ
ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»



Лапшинов В.А.

«13» августа 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Газоанализаторы тип 04

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-300/06-2021

г. Москва, 2021 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на Газоанализаторы тип 04 (далее – газоанализаторы), изготавливаемые «Riken Keiki Co, Ltd», Япония и устанавливает методику их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки (в процессе эксплуатации).

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость газоанализаторов к ГЭТ 154-2016 «Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых средах и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от «31» декабря 2020 г.

2. Операции поверки

2.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операция поверки

№№	Наименование этапа поверки	№ пункта документа по поверке	Обязательное проведение операции при поверке	
			первичной	периодической
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	Определение метрологических характеристик средства измерений	10	да	да
4.1	Определение основной погрешности	10.1	да	да
4.2	Определение времени установления показаний	10.2	да	да

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

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдаются следующие нормальные условия:

температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
мм рт. ст.	от 630 до 800

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускается персонал, изучивший эксплуатационную документацию на поверяемый газоанализатор и средства измерений, участвующих при проведении поверки.

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

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные метрологические и технические характеристики
7-10	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 5-Д (рег. № 71394-18), диапазон измерений температуры воздуха от -45 до +60 °С, влажности от 0 до 99 %, давления от 840 до 1060 гПа
10	Секундомер электронный Интеграл С-01 (рег. № 44154-16), Диапазоны измерений (от 0 до 59,99 с; от 0 до 9 ч. 59 мин. 59,99 с) ПГ ± (9.6×10 ⁻⁶ ×Т _х +0,01) с, Т _х -значение измеренного интервала времени
	Ротаметр с местными показаниями стеклянный РМС, РМС-А-0,063 ГУЗ-2, (рег. № 67050-17), верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4
	Рабочий эталон 1 разряда по Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «14» декабря 2018 г. № 2664. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах (Генераторы газовых смесей ГГС мод. ГГС-Р, ГГС-Т, ГГС-К, ГГС-03-03 рег. № 62151-15)
	Стандартные образцы состава газовые смеси кислород-азот (ГСО 10706-2015), сероводород-азот (ГСО 10546-2014), оксид углерода-азот (ГСО 10546-2014), диоксид серы-азот (ГСО 10546-2014), аммиак-азот (ГСО 10546-2014), диоксид азота-азот (ГСО 10546-2014), фосфин-азот (ГСО 10546-2014), хлор-азот (ГСО 10546-2014), синильная кислота-азот (ГСО 10546-2014), в баллонах под давлением (Приложение А)
	Азот газообразный особой чистоты сорт 1 по ГОСТ 9293-74 в баллоне под давлением
	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87. Диаметр условного прохода 5 мм. толщина стенки 1 мм*
	Вентиль точной регулировки ВТР-1, АПИ4.463.008 или натекагель Н-12, диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² *
Калибровочный адаптер*	
<p>1) допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 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. <p>2) все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*», должны иметь действующие свидетельства о поверке, поверочные газовые смеси в баллонах под давлением – действующие паспорта;</p> <p>3) допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью</p>	

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано точно-вытяжной вентиляцией.

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 Госгортехнадзором России от 25.03.2014 №116;

6.4 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

6.5 К поверке допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности перечню, указанному в эксплуатационной документации;

- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации;

- газоанализатор не должен иметь видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность.

7.2 Газоанализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

8.1.2 Проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением.

8.1.3 Баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч.

8.1.4 Выдержать поверяемые газоанализаторы и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

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

8.2 Опробование

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

8.2.2. Результат опробования считается положительным, если после самодиагностики отсутствуют сообщения об ошибке и газоанализатор перешел в режим.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия программного обеспечения (ПО) выполняют следующие операции:

- Находясь в выключенном состоянии зажать одновременно кнопку «AIR» и «POWER/MODE», дождаться звукового сигнала, в меню выбрать «[ROM/SUM]» в открывшейся окне высвечивается идентификационными данными ПО;

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными указанными в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Встроенное ПО
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	0001
Цифровой идентификатор ПО	-

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО считают положительным, если идентификационные данные ПО соответствуют указанным в таблице 3.

10. Определение метрологических характеристик

10.1 Определение основной погрешности

10.1.1 Определение основной погрешности газоанализатора проводят в следующем порядке:

1) Собирают схему проведения поверки, приведенную на рисунке Б.1 Приложения Б настоящей МП-300/06-2021;

2) Подают на вход газоанализатора через калибровочный адаптер ГС (таблица А.1 Приложения А, в соответствии с определяемым компонентом) с расходом (200 – 300) см³/мин в последовательности:

- №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3 (для определяемых компонентов и диапазонов измерений, для которых в Приложении А указаны 3 точки поверки);

- №№ 1 – 2 – 3 – 4 – 3 – 2 – 1 – 4 (для определяемых компонентов и диапазонов измерений, для которых в Приложении А указаны 4 точки поверки);

Время подачи ГС не менее утроенного номинального времени установления показаний по уровню 0,9 ($T_{0,9ном}$, таблице В.1 Приложения В настоящей МП-300/06-2021)

3) Зафиксировать установившиеся показания газоанализатора;

10.1.2 Значение основной приведенной (γ , %) погрешности газоанализатора, рассчитывают по формуле (1):

$$\gamma_i = \frac{C_i - C_i^{\partial}}{C_B} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где C_i – установившиеся показания на дисплее газоанализатора в i -ой точке поверки, объемная доля, % (млн⁻¹);

C_i^{∂} – действительное значение содержания определяемого компонента в i -й ГС, объемная доля, % (млн⁻¹);

C_B – верхний предел диапазона измерений газоанализатора, для которого нормирована приведенная погрешность, объемная доля, % (млн⁻¹).

10.1.3 Значение основной относительной погрешности (δ_i , %) газоанализатора рассчитывают по формуле (2):

$$\delta_i = \frac{C_i - C_i^{\partial}}{C_i^{\partial}} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

10.1.4 Результат поверки считают положительным, если полученные значения погрешности во всех точках поверки не превышает пределов, указанных в таблицах В.1 Приложения В настоящей МП-300/06-2021.

10.2 Определение времени установления показаний

10.2.1 Определение времени установления показаний допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1 при подаче ГС № 1 и ГС

№ 3 (для определяемых компонентов и диапазонов измерений, для которых в Приложении А указаны 3 точки поверки) или № 4 (для определяемых компонентов и диапазонов измерений, для которых в Приложении А указаны 4 точки поверки) для всех газоанализаторов, кроме предназначенных для измерений содержания объемной доли кислорода, в следующем порядке:

- 1) подать на газоанализатор ГС № 3 или ГС №4, зафиксировать установившееся значение показаний поверяемого газоанализатора;
- 2) рассчитать значение, равное 0,9 от показаний газоанализатора, полученных в предыдущем шаге;
- 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 абсолютной погрешности), затем, не подавая ГС на газоанализатор продуть газовую линию ГС № 3 или ГС №4 в течение не менее 3 мин., подать ГС на газоанализатор и включить секундомер. Зафиксировать время достижения показаниями газоанализатора значения, рассчитанного на предыдущем шаге.

10.2.2 При поверке газоанализатора предназначенного для измерений содержания объемной доли кислорода определение времени установления показаний допускается проводить в следующем порядке:

- 1) продувать газоанализатор чистым атмосферным воздухом в течение не менее 5 мин, зафиксировать показания газоанализатора;
- 2) рассчитать значение, равное 0,9 от показаний газоанализатора, полученных в п. 1;
- 3) подать на газоанализатор ГС №1, дождаться установления показаний газоанализатора;
- 4) не подключая к газоанализатору, продуть газовую линию атмосферным воздухом в течение не менее 3 мин., подать воздух на газоанализатор и включить секундомер. Зафиксировать время достижения показаниями газоанализатора значения, рассчитанного в п. 2).

10.2.3 Результат поверки считать положительным, если время установления показаний не превышает значений, указанных в таблицах В.1 Приложения В настоящей МП-300/06-2021.

11. Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки в свободной форме.

11.2 При положительных результатах поверки газоанализатор признается пригодным к применению. Сведения о положительных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке и знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

11.3 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 с указанием основных причин.

Разработчик:
Инженер по метрологии



Г.С. Володарская

Приложение А (обязательное)

Технические характеристики ГС, используемых при проведении поверки

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

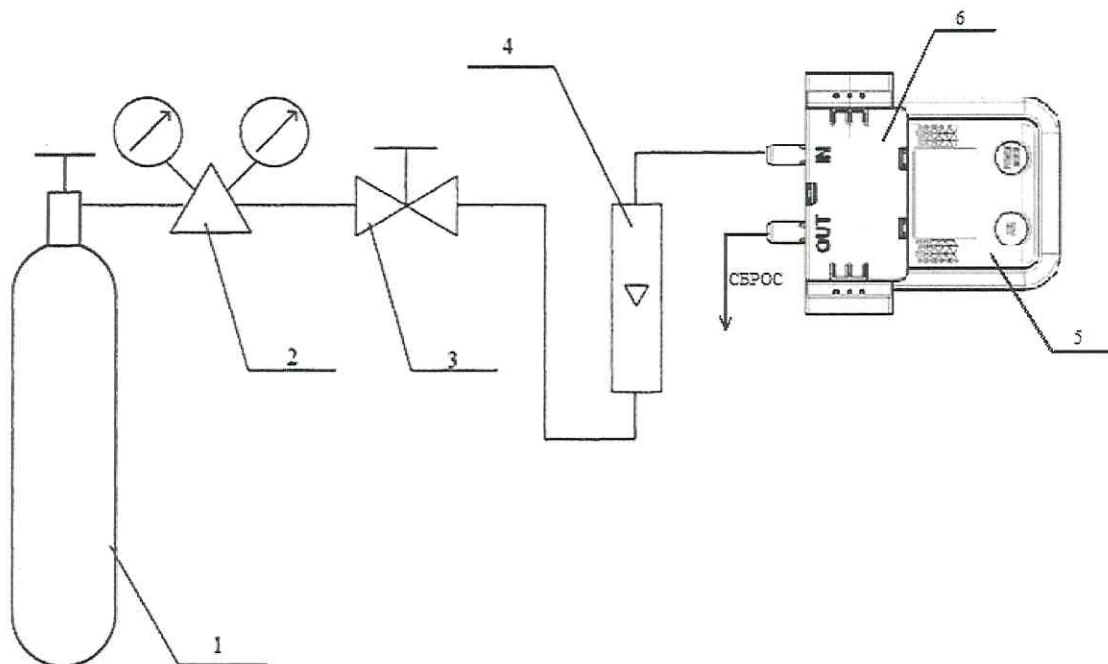
Определяемый компонент	Диапазон измерений	Номинальное значение определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения				Пределы допускаемой погрешности	Номер ГС по реестру ГСО или Источник ГС
		ГС №1	ГС №2	ГС №3	ГС №4		
Кислород (O ₂)	от 0 до 40 % об.д.	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	9,5 % об.д. ±5 % отн.	20 % об.д. ±5 % отн.	-	±1,5 % отн.	ГСО 10706-2015 (O ₂ /N ₂)
		-	-	-	38 % об.д. ±5 % об.д.	±0,6 % отн.	
Сероводород (H ₂ S)	от 0 до 200 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	19 млн ⁻¹ ±5 % отн.	100 млн ⁻¹ ±5 % отн.	190 млн ⁻¹ ±5 % отн.	±2,5 % отн.	ГСО 10546-2014 (H ₂ S/N ₂)
Оксид углерода (CO)	от 0 до 2000 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	475 млн ⁻¹ ±5 % отн.	1000 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	±2,5 % отн.	ГСО 10546-2014 (CO/N ₂)
		-	-	-	1900 млн ⁻¹ ±5 % отн.	±1,5 % отн.	
Диоксид серы (SO ₂)	от 0 до 100 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	3,8 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	-	±4 % отн.	ГСО 10546-2014 (SO ₂ /N ₂)
		-	-	50 млн ⁻¹ ±5 % отн.	95 млн ⁻¹ ±5 % отн.	±2,5 % отн.	

Продолжение таблицы А.1

Определяемый компонент	Диапазон измерений	Номинальное значение определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения				Пределы допустимой погрешности	Номер ГС по реестру ГСО или Источник ГС
		ГС №1	ГС №2	ГС №3	ГС №4		
Аммиак (NH ₃)	от 0 до 400 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	9,5 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	-	±4 % отн.	ГС 10546-2014 (NH ₃ /N ₂)
		-	-	200 млн ⁻¹ ±5 % отн.	380 млн ⁻¹ ±5 % отн.	±2,5 % отн.	
Диоксид азота (NO ₂)	от 0 до 20 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	1,9 млн ⁻¹ ±5 % отн.	10 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	±4 % отн.	ГС 10546-2014 (NO ₂ /N ₂)
		-	-	-	19 млн ⁻¹ ±5 % отн.	±2,5 % отн.	
Фосфин (PH ₃)	от 0 до 10 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	5 млн ⁻¹ ±5 % отн.	9,5 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	±4 % отн.	ГС 10546-2014 (PH ₃ /N ₂)
		азот	-	-	-	-	
Хлор (Cl ₂)	от 0 до 3 млн ⁻¹	азот	-	-	-	-	о.ч. сорт 1-ый по ГОСТ 9293-74
		-	1,5 млн ⁻¹ ±5 % отн.	2,85 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	±8 % отн.	ГС 10546-2014 (Cl ₂ /N ₂)
		азот	-	-	-	-	
Синильная кислота (HCN)	от 0 до 30,0 млн ⁻¹	-	4,75 млн ⁻¹ ±5 % отн.	-	-	±8 % отн.	ГС 10546-2014 (HCN/N ₂)
		-	-	15 млн ⁻¹ ±5 % отн.	28,5 млн ⁻¹ ±5 % отн.	±5 % отн.	

Приложение Б (рекомендуемое)

Схема подачи ГС, на вход газоанализатора при проведении поверки



1 – источник ГС;
2 – редуктор баллонный;
3 – вентиль точной регулировки;

4 – ротаметр (индикатор расхода);
5 – газоанализатор;
6 – калибровочный адаптер.

Рисунок Б.1 – Рекомендуемая схема подачи ГС, на вход газоанализатора при проведении поверки

Приложение В (обязательное)

Метрологические характеристики

Таблица В.1 – Метрологические характеристики

Модификация	Определяемый компонент	Диапазон измерений определяемого компонента		Пределы допускаемой основной погрешности, % приведенной ¹⁾	Время установления показаний T ₉₀ , с
		от 0 до 40 % об.д.	от 0 до 10 % об.д. включ. св. 10 до 40 % об.д.		
OX-04 OX-04G	Кислород (O ₂)	от 0 до 200 млн ⁻¹	от 0 до 10 % об.д. включ. св. 10 до 40 % об.д.	±5	10
		от 0 до 2000 млн ⁻¹	от 0 до 20 млн ⁻¹ включ. св. 20 до 200 млн ⁻¹	±10	20
HS-04 CO-04 CO-04 (C-)	Сероводород (H ₂ S) Оксид углерода (CO)	от 0 до 2000 млн ⁻¹	от 0 до 500 млн ⁻¹ включ. св. 500 до 2000 млн ⁻¹	±10	10
		от 0 до 100 млн ⁻¹	от 0 до 4 млн ⁻¹ включ. св. 4 до 100 млн ⁻¹	±15	20
SC-04	Диоксид серы (SO ₂)	от 0 до 400 млн ⁻¹	от 0 до 10 млн ⁻¹ включ. св. 10 до 400 млн ⁻¹	±15	20
		от 0 до 20 млн ⁻¹	от 0 до 2 млн ⁻¹ включ. св. 2 до 20 млн ⁻¹	±15	20
	Диоксид азота (NO ₂)	от 0 до 10 млн ⁻¹	от 0 до 10 млн ⁻¹	±20	20
		от 0 до 3 млн ⁻¹	от 0 до 3 млн ⁻¹	±25	20
Фосфин (PH ₃) Хлор (Cl ₂) Синильная кислота (HCN)	от 0 до 30,0 млн ⁻¹	от 0 до 30,0 млн ⁻¹	от 0 до 5,0 млн ⁻¹ включ. св. 5,0 до 30,0 млн ⁻¹	±20	20
		от 0 до 40 % об.д.	от 0 до 10 % об.д. включ. св. 10 до 40 % об.д.	±5	10
CX-04 ²⁾	Оксид углерода (CO)	от 0 до 2000 млн ⁻¹	от 0 до 100 млн ⁻¹ включ. св. 100 до 2000 млн ⁻¹	±10	10
				-	±10

¹⁾ – приведенная погрешность нормирована к верхнему значению диапазона измерений;

²⁾ - сдвоенный сенсор O₂/CO.