

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

"04" мая 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Газоанализаторы кислорода и оксида углерода СОМТЕС
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2230-2018

Заместитель руководителя
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

"04" мая 2018 г.

Разработал
руководитель лаборатории
Т.Б. Соколов

г. Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы кислорода и оксида углерода COMTEC (в дальнейшем – газоанализаторы), выпускаемые фирмой «ENOTEC GmbH», Германия, и устанавливает методику их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

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			
2.1 Проверка общего функционирования газоанализатора	6.2	да	да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
3 Определение метрологических характеристик газоанализатора	6.4		
- определение основной абсолютной погрешности	6.4.1	да	да
- определение вариации выходного сигнала	6.4.2	да	нет
- определение времени установления показаний	6.4.3	да	нет

1.2 Допускается проведение периодической поверки отдельных диапазонов измерений / измерительных каналов газоанализатора в соответствии с заявлением владельца газоанализатора, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки

1.3 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 минус 10 до плюс 60 °С, относительной влажности от 10 до 95 %, атмосферного давления от 300 до 1200 гПа
6.4	Секундомер механический СОПр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2 Поверочный нулевой газ азот по ТУ 6-21-39-79 или азот особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74 в баллонах под давлением Стандартные образцы состава газовые смеси кислород – азот (ГСО 10253-2013, ГСО 10531-2014, ГСО 10532-2014), оксид углерода - кислород – азот (ГСО 10532-2014). Технические характеристики ГС приведены в Приложении А. Ротаметр РМ-А-0,16Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,16 м ³ /ч, кл. точности 4 *

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	Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95 *
	Вентиль точной регулировки трассовый ВТР-4, диапазон рабочего давления (0-6) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм, штуцерно-нипельное соединение под гибкую трубу диаметром 4...8 мм *
	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм *

- 2.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик газоанализаторов с требуемой точностью¹⁾.
- 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.

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 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.
- 3.4 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 |
| – напряжение питания переменного тока частотой (50±1) Гц, В | 220±22 |

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 документацией;
- 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;

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.

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.

Газоанализаторы 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 газоанализатора;
- 2) выдерживают газоанализатор во включенном состоянии в течение времени прогрева;
- 3) фиксируют показания дисплея газоанализатора.

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 в меню газоанализатора, раздел “Software version and options” (путь menu/cal. -> (ввод пароля) -> System information -> Software version and options) ¹⁾:

- Display Board, COMTEC 6000 (строка "Software COMTEC 6000");
- MXP Sensor Board, MP001 (строка "Software COe sensorboard").

Примечание - для английской версии интерфейса.

Допускается проводить проверку до завершения процедуры прогрева газоанализатора.

– 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 компонентов программного обеспечения) не ниже указанных в Описании типа газоанализаторов (приложение к Свидетельству об утверждении типа).

¹⁾ Пример пути в меню указан для версии 4.10 Display Board COMTEC 6000, для других версий рекомендуется уточнить путь в соответствии с эксплуатационной документацией газоанализатора.

6.4 Определение метрологических характеристик газоанализатора

6.4.1 Определение основной абсолютной погрешности

Определение основной абсолютной погрешности газоанализатора проводят в следующем порядке:

1) На вход (штуцер) для контрольного газа измерительного зонда газоанализатора подают ГС (таблица А.1 или А.2 Приложения А, соответственно определяемому компоненту и диапазону измерений) согласно рисунку Б.1 Приложения Б:

- №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3 – при первичной поверке;
- №№ 1 – 2 – 3 – при периодической поверке.

Расход ГС устанавливают вентилем точной регулировки в диапазоне от 2,5 до 3,0 дм³/мин и контролируют по ротаметру. Значение расхода воздуха сравнения («эталонного») для измерительных зондов устанавливают в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

Примечание: при наличии в составе газоанализатора блока управления эталонным и контрольным газом допускается проводить подачу ГС через блок управления.

Время подачи каждой ГС по измерительному каналу объемной доли кислорода не менее 90 с, по измерительному каналу объемной доли оксида углерода – до установления показаний.

2) Фиксируют установившиеся показания дисплея газоанализатора по поверяемому измерительному каналу при подаче каждой ГС.

3) Значение основной абсолютной погрешности газоанализатора Δ_i , объемная доля кислорода, %, в каждой точке поверки рассчитывают по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_i^0 \quad (1)$$

где C_i – результат измерений объемной доли кислорода при подаче i -й ГС, %;

C_i^0 – действительное значение объемной доли кислорода, указанное в паспорте на i -ю ГС, %.

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

$$\gamma_i = \frac{C_i - C_i^0}{C_g - C_n} \cdot 100 \quad (2)$$

где C_i – результат измерений объемной доли оксида углерода при подаче i -й ГС, млн⁻¹;

C_g, C_n – верхняя и нижняя границы диапазона измерений объемной доли оксида углерода, млн⁻¹.

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

6.4.2 Определение вариации показаний газоанализатора

Значение абсолютной вариации показаний газоанализатора по измерительному каналу объемной доли кислорода ν_Δ , в долях от пределов допускаемой основной абсолютной погрешности, рассчитывают по формуле

$$\nu_\Delta = \frac{C^B - C^M}{\Delta_0}, \quad (3)$$

где C^B, C^M - результат измерения объемной доли кислорода в точке поверки 2 при подходе к точке поверки со стороны больших и меньших значений, %;
 Δ_o - пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, объемная доля кислорода, %.

Значение приведенной вариации показаний газоанализатора по измерительному каналу объемной доли оксида углерода v_γ в долях от пределов допускаемой основной приведенной погрешности, рассчитывают по формуле

$$v_\gamma = \frac{C^B - C^M}{(C_g - C_n) \cdot \gamma_o} \cdot 100 \quad (4)$$

где C^B, C^M - результат измерения объемной доли оксида углерода в точке поверки 2 при подходе к точке поверки со стороны больших и меньших значений, млн⁻¹;

γ_o - пределы допускаемой основной приведенной погрешности по каналу объемной доли оксида углерода, %.

Результаты определения вариации показаний считаются положительными, если она не превышает 0,2 в долях от пределов допускаемой основной погрешности.

6.4.3 Определение времени установления показаний

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

- подают на вход для калибровочного газа зонда измерительного ГС № 1, дожидаются установления выходного сигнала газоанализатора;
- подают на вход для калибровочного газа зонда измерительного ГС № 3, фиксируют установившееся значение выходного сигнала газоанализатора;
- рассчитывают значение, равное 0,9 установившегося значения;
- подают на вход для калибровочного газа зонда измерительного ГС № 1, дожидаются установления выходного сигнала газоанализатора, отключить газовую линию от входа газоанализатора, продуть газовую линию ГС № 3 в течение не менее 4 мин, подключают газовую линию к входу газоанализатора и включают секундомер. Фиксируют время достижения выходным сигналом газоанализатора значения, рассчитанного на предыдущем шаге.

Примечание: суммарная длина газовой линии должна быть не более 1,0 м.

Результат испытания считают положительным, если время установления показаний не превышает 30 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 оттиск поверительного клейма или выдается свидетельство о поверке установленной формы согласно приказу Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

Если газоанализатор по результатам поверки признан непригодным к применению, оттиск поверительного клейма гасится, свидетельство о поверке аннулируется, выписывается извещение о непригодности установленной формы согласно приказу Минпромторга № 1815 от 02.07.2015 г.

Приложение А
(обязательное)
Технические характеристики ГС

Таблица А.1 - Технические характеристики ГС, используемых для поверки газоанализаторов по измерительному каналу объемной доли кислорода

Диапазон измерений объемной доли кислорода, %	Номер ГС	Компонентный состав ГС	Номинальное значение объемной доли кислорода и пределы допускаемого отклонения	Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Номер по Госреестру, ТУ, ГОСТ
От 0 до 2	1	азот	-	-	О.ч., сорт 2-й, ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	1,0 % ± 7 % отн.	±2,5	ГСО 10532-2014
	3	O ₂ – азот	1,8 % ± 7 % отн.	±2,5	ГСО 10532-2014
От 0 до 5	1	азот	-	-	О.ч., сорт 2-й, ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	2,5 % ± 5 % отн.	±1,0	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	4,75 % ± 5 % отн.	±1,0	ГСО 10531-2014
От 0 до 6	1	азот	-	-	О.ч., сорт 2-й, ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	3,0 % ± 5 % отн.	±1	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	5,5 % ± 5 % отн.	±1	ГСО 10531-2014
От 0 до 10	1	азот	-	-	О.ч., сорт 2-й, ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	5,0 % ± 5 % отн.	±1	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	9,5 % ± 5 % отн.	±1	ГСО 10531-2014
От 0 до 25,0	1	азот	-	-	О.ч., сорт 2-й, ГОСТ 9293-74
	2	O ₂ – азот	12 % ± 3 % отн.	±1	ГСО 10531-2014
	3	O ₂ – азот	24 % ± 3 % отн.	±(-0,008X + 0,76)	ГСО 10253-2013

Примечания:

- 1) Азот особой чистоты, сорт 2, в баллонах под давлением, выпускаемого по ГОСТ 9293-74.
- 2) Знак «X» в формуле расчета пределов допускаемой относительной погрешности означает значение объемной доли кислорода, указанное в паспорте ГС.
- 3) Изготовители и поставщики стандартных образцов газовых смесей в баллонах под давлением должны быть прослеживаемы к государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2016.

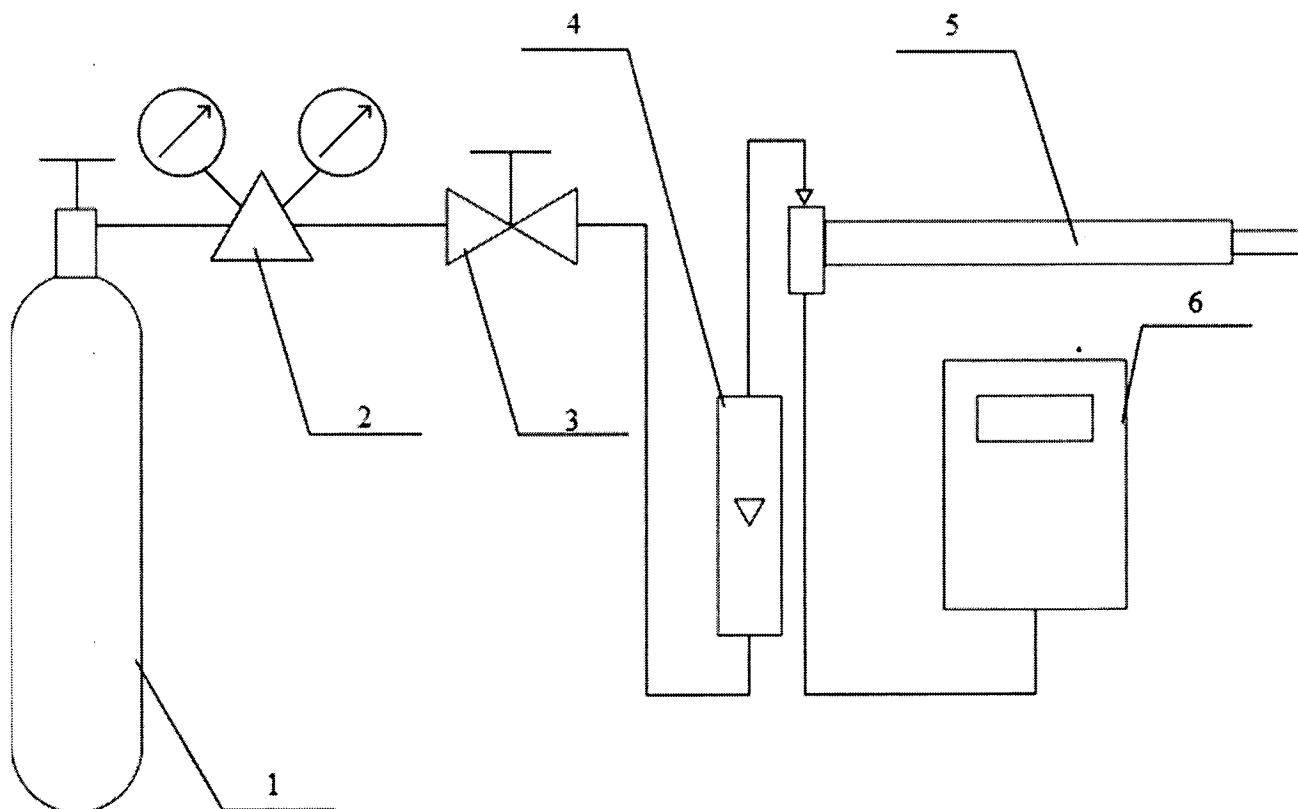
Таблица А.2 - Технические характеристики ГС, используемых для поверки газоанализаторов по измерительному каналу объемной доли оксида углерода

Диапазон измерений объемной доли оксида углерода, млн ⁻¹	Номер ГС	Компонентный состав ГС	Номинальное значение объемной доли компонента и пределы допускаемого отклонения	Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Номер ГС по Госреестру, ТУ, ГОСТ
От 0 до 1000	1	ПНГ – воздух	0,0	-	Марка Б по ТУ 6-21-5-85
	2	СО О ₂ азот	0,05 % ± 10 % отн. 2,1 % ± 5 % отн. ¹⁾ ост.	±5 ±2,5 -	ГСО 10532-2014
	3	СО О ₂ азот	0,09 % ± 10 % отн. 2,1 % ± 5 % отн. ¹⁾ ост.	±5 ±2,5 -	ГСО 10532-2014

¹⁾ – Значение пределов допускаемого отклонения для кислорода в ГС отличается от указанного в описании типа для ГСО 10532-2014, обусловлено особенностями градуировки МХР-сенсора.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Схема подачи ГС из баллонов под давлением на газоанализатор
при проведении поверки



- 1 – баллон с ГС;
- 2, 3 – редуктор с вентилем тонкой регулировки;
- 4 – ротаметр;
- 5 – зонд;
- 6 – блок управления.

Примечания:

- 1) При отсутствии блока управления контрольным и эталонным газом в составе поверяемого газоанализатора ГС следует подавать на вход "Test gas" (вход для калибровочного газа) зонда.
- 2) ГС на СОМТЕС 600Е (со встроенными сенсорами) следует подавать на штуцер "Вход", расположенный на задней панели блока управления.

Рисунок Б.1 – Схема подачи ГС из баллонов под давлением на газоанализатор
при проведении поверки

Приложение В
(обязательное)

Основные метрологические характеристики газоанализаторов

Таблица Б.1 – Основные метрологические характеристики газоанализаторов

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента	Пределы допускаемой основной ²⁾ погрешности	
		абсолютной, объемная доля	приведенной ³⁾
Кислород ¹⁾	от 0 до 2 % от 0 до 5 % от 0 до 6 % от 0 до 10 % от 0 до 21 % от 0 до 25 %	±0,3 %	-
Оксид углерода	от 0 до 1000 млн ⁻¹	-	±25 % ³⁾

¹⁾ Диапазон измерений по выбору пользователя, определяется при заказе.

²⁾ В нормальных условиях измерений.

³⁾ Нормирующее значение – верхний предел диапазона измерений.

⁴⁾ Пределы допускаемой основной приведенной погрешности по каналу оксида углерода нормированы только для анализируемых сред с объемной долей кислорода (2,1±0,1) %.