

СОГЛАСОВАНО:
Заместитель руководителя
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ»



Лапшинов В.А.

« 05 » июля 2023 г.

«ГСИ. Анализатор азота PSANA 6200.
Методика поверки»

МП-620/06-2023

г. Чехов,
2023 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на Анализатор азота PSANA 6200 (далее – анализатор) и устанавливает методику его первичной и периодической поверки.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице А.1 Приложения А настоящей МП-620/06-2023.

1.3 Прослеживаемость при поверке анализатора 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 анализатора используется метод прямых измерений поверяемым анализатором величины, воспроизводимой с помощью государственных стандартных образцов состава газовых смесей или рабочих эталонов, соответствующих указанным ГПС.

2. Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в Таблице 1.
Таблица 1 - Операции поверки.

Наименование операции	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки
	первичной	периодической	
1. Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2. Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
3. Проверка программного обеспечения	да	да	9
4. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10
5. Оформление результатов поверки	да	да	11

2.2 Не предусмотрено проведение периодической поверки в сокращённом объёме.

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

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
относительная влажность окружающей среды, %	от 30 до 80
атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
мм рт. ст.	от 735,06 до 784,6

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускается персонал, изучивший настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на поверяемый анализатор, имеющий квалификацию поверителя и прошедший инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

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)	Средства измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ °С; - атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106,7 кПа, с абсолютной погрешностью: $\pm 0,5$ кПа - относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 80 % с абсолютной погрешностью ± 3 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 5-Д, рег. № 71394-18
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Средства измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ °С; - атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106,7 кПа, с абсолютной погрешностью: $\pm 0,5$ кПа - относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 80 % с абсолютной погрешностью ± 3 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 5-Д, рег. № 71394-18
	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)
	ПНГ-аргон о. ч. по ТУ-6-21-12-94	ПНГ - аргон в баллонах под давлением
	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением - рабочие эталоны 0-го, 1-го и 2-го разряда по ГПС, утвержденной Приказом 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)
	Средства измерений расхода газа в диапазоне измерений от 800 до 1000 см ³ /мин, приведенной погрешностью не более ± 4 %	Ротаметр с местными показаниями стеклянный РМС, РМС-А-0,063 ГУЗ-2, рег. № 67050-17
	Средство измерений времени в диапазоне измерений от 0 до 59,99 с; от 0 до 9 ч. 59 мин. 59,99 с, с абсолютной погрешностью $\pm (9.6 \times 10^{-6} \times T_x + 0,01)$ с, T_x -значение измеренного интервала времени	Секундомер электронный Интеграл С-01, рег. № 44154-16
	Диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см ²	Вентиль точной регулировки ВТР-1, АПИ4.463.008 или натека- тель Н-12*

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	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 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 Б;

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

- 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;

- допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ Р 12.1.019-2009.

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 при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением»», утвержденным Госгортехнадзором России от 15.12.2020 №536;

6.4 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида средства измерений описанию и изображению, приведенному в описании типа;

- соответствие комплектности (при первичной поверке) перечню, указанному в эксплуатационной документации;

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

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

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Проверить соблюдение условий проведения поверки на соответствие разделом 3 настоящей МП-620/06-2023.

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

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

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 При опробовании проводится общая проверка функционирования анализатора при включении электрического питания в порядке, описанном в эксплуатационной документации.

8.3.2 Результат опробования считают положительным, если:

- на дисплее анализатора отображается измерительная информация;
- органы управления анализатора функционируют.

9. Проверка программного обеспечения

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии встроенного ПО отображается на дисплее по запросу);
- в меню анализатора необходимо зайти во вкладку «Configuration» и в левом нижнем углу будет отображен номер версии;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа средства измерений.

9.2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные программного обеспечения средства измерений (номер версии) не ниже, указанных в описании типа средства измерений.

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

10.1 Определение допускаемой погрешности измерений концентрации определяемого компонента

10.1.1 Определение погрешности измерений концентрации определяемого компонента проводят по схеме, приведенной в Приложении В, рисунок В.1 при поочередной подаче на вход анализатора поверочных газовых смесей ГС (таблица Б.1 приложения Б, соответственно диапазону измерений), в последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3

где:

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

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

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

Подачу ГС на анализатор осуществляют посредством применения соответствующих фитинговых переходов и редуктора между газовыми баллонами, ротаметром и входом отбираемого газа на анализатор. Расход ГС устанавливают в соответствии с Руководством по эксплуатации. Время подачи определяется продолжительностью, равной не менее утроенного номинального времени установления показаний.

Время установления показаний отображено в Описании типа на анализатор.

Фиксируют установившиеся значения показаний на дисплее анализатора.

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

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

где C_i – результат измерений анализатором содержания определяемого компонента, млн^{-1} .

C_i^{∂} – действительное значение содержания определяемого компонента в i -ой ГС, млн^{-1} .

C_B – значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхнему значению предела измерений, млн^{-1} .

10.1.2 Результат измерений считать положительным, если полученные значения допускаемой погрешности в каждой точке проверки не превышают пределов, указанных в таблице А.1. приложения А.

10.2 Определение времени установления показаний

10.2.1 Допускается проводить определение времени установления показаний одновременно с определением погрешности по п. 10.1.

Определение времени установления показаний проводить в следующем порядке:

1) Снять трубку от источника ГС с входа калибровочной насадки;
2) Открыть вентиль на баллоне с ГС № 3 и пропускать через соединительные линии и насадку в течение не менее 180 с (при длине соединительных линий не более 2 м), расход ГС устанавливают в равным $1000 \text{ см}^3/\text{мин}$.

3) Надеть трубку на вход калибровочной насадки, включить секундомер, зафиксировать показания через t_1 , равное $T_{0,9d}$ и t_2 , равное $3 T_{0,9d}$.

10.2.2 Результат определения времени установления показаний считают положительным, если выполняется условие (2):

$$C_{t1} \geq 0,9 \cdot C_{t2}, \quad (2)$$

где C_{t1} , C_{t2} – значение объемной доли определяемого компонента анализатора через t_1 и t_2 после подачи ГС, млн^{-1} .

11. Оформление результатов поверки

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

11.2 При положительных результатах поверки анализатор 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 анализатор 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.

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений объемной доли азота (N ₂) в гелии/аргоне, млн ⁻¹	от 0 до 1 от 0 до 10 от 0 до 100 от 0 до 10 000
Пределы допускаемой приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности измерений концентрации азота в гелии/аргоне, %	± 1
Время установления показаний T ₉₀ , мин, не более	5

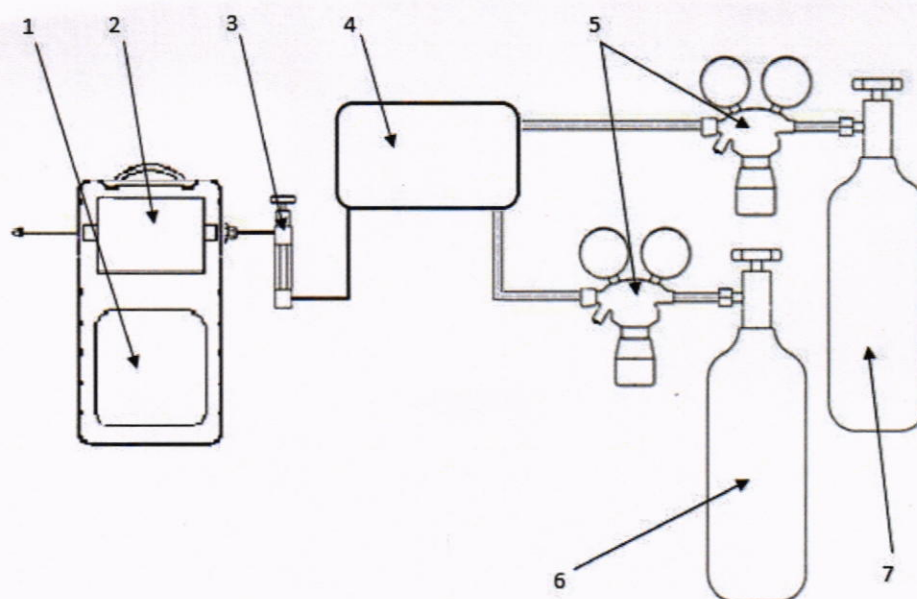
Приложение Б (обязательное)

Технические характеристики ГС, используемых при проведении поверки

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

Определя- емый компонент	Диапазон измере- ний объемной доли, млн ⁻¹	Номинальное значение объемной доли опре- деляемого компонента в ГС и пределы до- пускаемого отклонения			Номер ГС по ре- естру ГСО или источник ГС
		ГС № 1	ГС №2	ГС № 3	
Азот (N ₂ /He)	от 0 до 1	ПНГ- аргон	-	-	аргон о.ч. по ТУ- 6-21-12-94
		-	0,5 ± 5 % отн.	0,95 ± 5 % отн.	ГСО 10530-2014
	от 0 до 10	ПНГ- аргон	-	-	аргон о.ч. по ТУ- 6-21-12-94
		-	5 ± 5 % отн.	9,5 ± 5 % отн.	ГСО 10530-2014
	от 0 до 100	ПНГ- аргон	-	-	аргон о.ч. по ТУ- 6-21-12-94
		-	50 ± 5 % отн.	95 ± 5 % отн.	ГСО 10530-2014
	от 0 до 10 000	ПНГ- аргон	-	-	аргон о.ч. по ТУ- 6-21-12-94
		-	5000 ± 5 % отн.	9500 ± 5 % отн.	ГСО 10530-2014

Приложение В
(обязательное)
Схема подачи ГС на анализатор



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

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

Рисунок В.1 – Рекомендуемая схема подачи ГС на вход анализатора