

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«08» июля 2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы кислорода люминесцентные взрывозащищенные ГКЛ-01-В
**Методика поверки
МП 242-2586-2024**

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

А.В. Колобова

«08» июля 2024 г.

Разработчик
Заместитель руководителя лаборатории
А.Л. Матвеев

Санкт-Петербург
2024 г

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы кислорода люминесцентные взрывозащищенные ГКЛ-01-В (далее – газоанализаторы).

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 31 декабря 2020 г. № 2315, подтверждающая прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - **прямое измерение** поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой эталоном или стандартным образцом.

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 не предусмотрена возможность проведения поверки газоанализаторов в сокращенном объеме.

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 поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1, 8.2
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям			10

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение основной абсолютной погрешности	да	да	10.1
Определение вариации выходного сигнала	да	нет	10.2
Определение времени установления выходного сигнала	да	да	10.3
Подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	10.4

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °C 20±5
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа 101,3±3,3

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с газоанализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, Приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах», эксплуатационной документацией на газоанализаторы, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по охране труда.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства 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)	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °C до +25 °C, с абсолютной погрешностью не более ±1°C; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ±3 %; средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 98 до 104,6 кПа, с абсолютной погрешностью не более ±0,5 кПа	Прибор комбинированный Testo 622, пер. № 53505-13

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.10 Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Стандартные образцы состава газовых смесей (ГС) в баллонах под давлением – рабочие эталоны 2 разряда в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315 (характеристики ГС приведены в Приложении А)	ГСО 10531-2014 (кислород-азот) в баллонах под давлением ¹⁾
	Азот газообразный в баллонах под давлением, объемная доля азота не менее 99,99 %	Азот газообразный особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	Средство измерений интервалов времени, класс точности 3	Секундомер механический СОПр, рег. № 11519-11
	Источник питания постоянного тока напряжением от 0 до 30 В *	Источник питания постоянного тока двухканальный SHENZHEN MASTECH HY3003D-2
	Средство измерений постоянного тока в диапазоне измерений от 0 до 20 мА, с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,8$ мА	Мультиметр цифровой DT-9959, рег. № 58550-14
	Средство измерений объемного расхода, верхняя граница диапазона измерений 0,063 м ³ /ч, класс точности 4 *	Ротаметр РМ-А-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81
	Регулятор расхода, рабочее давление 200 кгс/см ² , диаметр условного прохода 5 мм *	Регулятор расхода РР-213
	Тройник с двумя фитингами для присоединения трубок 1/4" или 1/8" и с одним или двумя гнездами под манометры (типоразмер соединения 1-3-1 по ГОСТ 25164-96), рабочее давление не менее 10 МПа *	Тройник с двумя фитингами для присоединения трубок 1/4" или 1/8" и с одним или двумя гнездами под манометры (типоразмер соединения 1-3-1 по ГОСТ 25164-96)
	Прокладка типоразмер 3 *	Прокладка kel-f, pctfe, фторопласт марки Ф3 или отожженной меди

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Трубка из нержавеющей стали внешний диаметр 1/4" или 1/8"*	Трубка из нержавеющей стали внешний диаметр 1/4" или 1/8"*

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

- номинальное значение содержания определяемого компонента в ГС должно соответствовать указанному для соответствующей ГС из приложения А;
- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой погрешности поверяемого газоанализатора, должно быть не более 1/2.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*», должны быть поверены ¹⁾; газовые смеси и чистые газы в баллонах под давлением – иметь действующие паспорта.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Все работы по поверке газоанализаторов должны проводиться с соблюдением действующих «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии», утвержденных приказом Минэнерго РФ от 12 августа 2022 года № 811.

6.4 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают требования Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденных приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2020 г. № 536.

6.5 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям раздела 1.3 «Состав газоанализатора» руководства по эксплуатации ШДЕК.413324.007РЭ;
- соответствие маркировки требованиям раздела 1.7 «Маркировка и пломбирование» руководства по эксплуатации ШДЕК.413324.007РЭ;
- отсутствие механических повреждений газоанализаторов, влияющих на работоспособность.

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

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Контроль условий поверки на соответствие п. 3.1 проводят с использованием средств измерений, указанных в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

¹⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/results>.

Результаты проверки считают положительными, если условия поверки соответствуют условиям, приведенным в п. 3.1 настоящей методики поверки.

8.2 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением;
- баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч;
- выдержать поверяемые газоанализаторы и средства поверки при температуре поверки в течение не менее 2 ч;
- подготовить поверяемый газоанализатор, средства поверки и вспомогательные средства к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.3 Опробование

8.3.1 При опробовании проводится проверка функционирования газоанализатора согласно п. 2.2.6 руководства по эксплуатации ШДЕК.413324.007РЭ.

8.3.2 Результат проверки функционирования газоанализатора считают положительным, если газоанализаторы переходят в режим измерений и отсутствует сигнализация об отказах.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО газоанализатора (отображение номера версии ПО на дисплее при включении или на мониторе компьютера, подключенного по интерфейсу RS485 путем подачи на газоанализатор команды в соответствии с картой регистров);
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в Таблице В.1 Приложения В.

Результаты подтверждения соответствия ПО считают положительными, если полученные идентификационные данные совпадают с данными, указанными в Таблице В.1 Приложения В.

10 Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям

10.1 Определение основной абсолютной погрешности

Определение основной абсолютной погрешности газоанализатора проводят в следующей последовательности:

- а) собирают газовую схему, представленную на рисунке Б.1 (Приложение Б);
- б) на вход газоанализатора подают ГС в последовательности №№ 1 – 2 – 3 – 2 – 1 – 3.

Время подачи каждой ГС не менее $3T_{0,9d}$ (предела допускаемого времени установления выходного сигнала), время подачи контролируют с помощью секундомера.

Расход ГС устанавливают в диапазоне от 0,4 до 0,6 дм³/мин вентилем точной регулировки.

в) фиксируют установившиеся показания газоанализатора при подаче каждой ГС по показаниям дисплея газоанализатора и вторичного прибора, подключенного к аналоговому выходу газоанализатора.

По показаниям вторичного прибора, подключенного к аналоговому выходу (от 4 до 20 мА) газоанализатора

$$C_i = \frac{C_v}{16} \cdot (I_i - 4), \quad (1)$$

где I_i - установившееся значение выходного токового сигнала газоанализатора при подаче i -ой ГС, мА;

C_v - верхний предел диапазона измерений газоанализатора, молярная доля кислорода, млн⁻¹.

г) значение основной абсолютной погрешности газоанализатора Δ_i , молярная доля кислорода, млн⁻¹, рассчитывают по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_i^d, \quad (2)$$

где C_i - установившиеся показания газоанализатора при подаче i -й ГС, молярная доля кислорода, млн^{-1} ;
 C_i^A - действительное значение молярной доли кислорода в i -ой ГС, млн^{-1} .

Результаты определения считают положительными, если основная абсолютная погрешность газоанализатора не превышает пределов, указанных в таблице В.2 Приложения В.

10.2 Определение вариации выходного сигнала

Определение вариации выходного сигнала допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1 при подаче ГС № 2 (Приложение А).

Значение вариации выходного сигнала газоанализатора ϑ_Δ , в долях от пределов допускаемой основной абсолютной погрешности, рассчитывают по формуле

$$\vartheta_\Delta = \frac{C_2^B - C_2^M}{\Delta_0}, \quad (3)$$

где C_2^B, C_2^M - результат измерений содержания определяемого компонента при подходе к точке 2 со стороны больших и меньших значений, молярная доля кислорода, млн^{-1} ;

Δ_0 - пределы допускаемой основной абсолютной погрешности газоанализатора в точке 2, молярная доля кислорода, млн^{-1} .

Результат определения считают положительным, если вариация выходного сигнала газоанализатора не превышает 0,3 в долях от пределов допускаемой основной погрешности.

10.3 Определение времени установления выходного сигнала

Допускается проводить определение времени установления выходного сигнала одновременно с определением основной погрешности по п. 10.1 в следующем порядке:

1) На вход газоанализатора (соответственно диапазону измерений) подают ГС №3, фиксируют установившиеся показания.

2) Вычисляют значение, равное 0,9 установившихся показаний.

3) подают на вход газоанализатора ГС № 1, фиксируют установившиеся показания газоанализатора. Отклонение от нулевых показаний должно быть не более 0,5 в долях от пределов допускаемой основной абсолютной погрешности

4) Подают на вход газоанализатора ГС № 3 (предварительно продув ею газовую линию в течение не менее 3 мин при суммарной длине линии не более 2 м), включают секундомер и фиксируют время достижения значения, рассчитанного в п. 2).

Результаты определения времени установления выходного сигнала считают положительными, если время установления выходного сигнала не превышает 60 с.

10.4 Подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям

Газоанализаторы признают соответствующими метрологическим требованиям, если

- результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные;

- результаты проверок по пп. 9, 10.1, 10.2, 10.3 соответствуют требованиям, приведенным в Таблицах В.1 - В.2 Приложения В.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки по форме, установленной системой менеджмента качества (СМК) поверителя.

11.2 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по заявлению владельца газоанализатора или лица, представившего газоанализатор на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по заявлению владельца газоанализатора или лица, представившего газоанализатор на поверку, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении).

Приложение А
(обязательное)

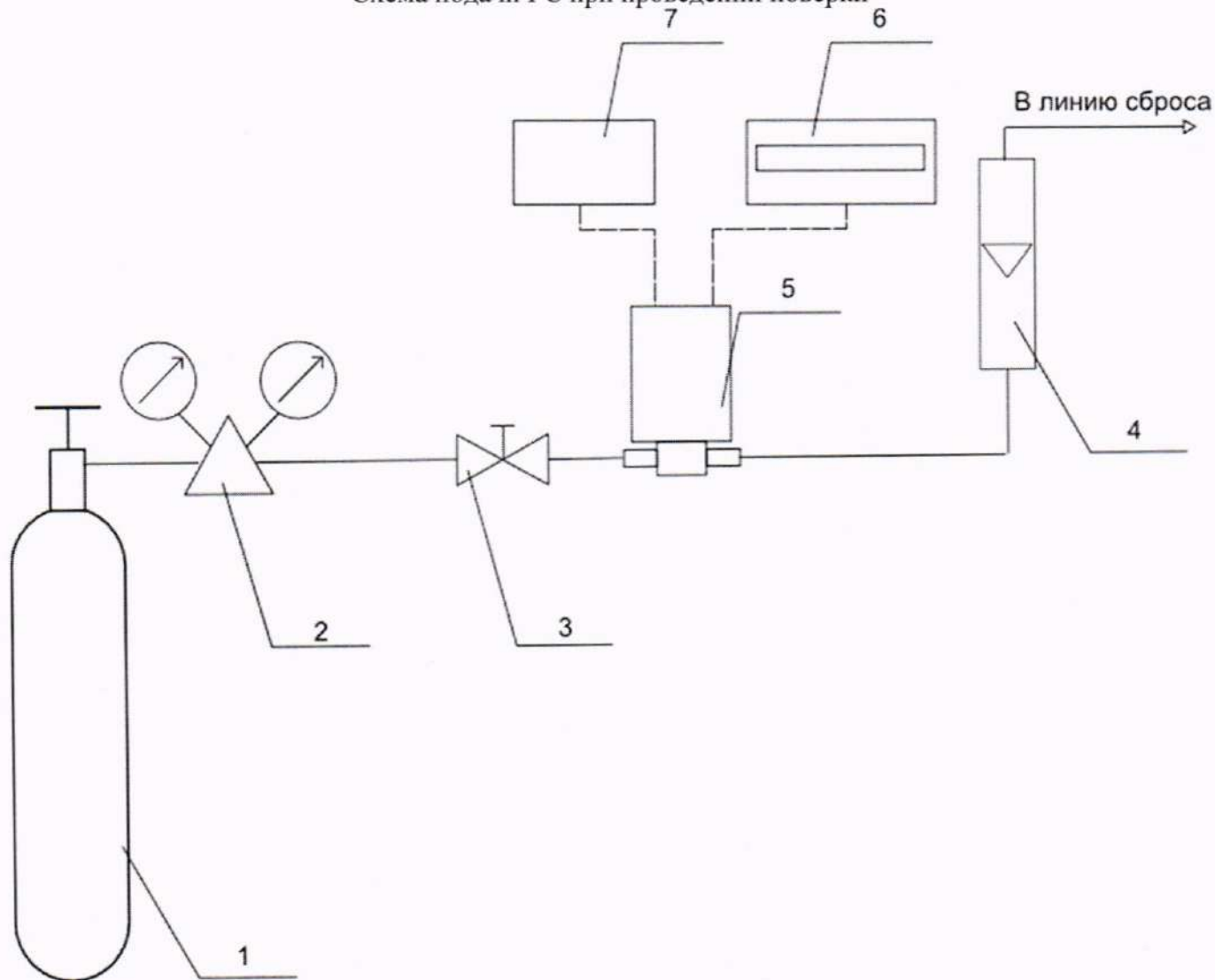
Характеристики ГС, используемых при проведении поверки газоанализаторов

Таблица А.1 - Характеристики ГС, используемых при проведении поверки газоанализаторов

Определяемый компонент (измерительный канал)	Диапазон измерений молярной доли определяемого компонента, млн ⁻¹	Номинальное значение молярной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹			Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Номер ГС по реестру ГСО или источник ГС ¹⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3		
Кислород (O ₂)	от 0 до 200	11 ± 10 % отн.	100 ± 10 % отн.	180 ± 10 % отн.	±2,5	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂)
	от 0 до 500	11 ± 10 % отн.			±2,5	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂)
			250 ± 10 % отн.	450 ± 10 % отн.	±1,5	ГСО 10530-2014 (O ₂ /N ₂)
	от 50 до 10000	56 ± 10 % отн.			±5,0	ГСО 10532-2014 (O ₂ /N ₂)
			5000 ± 5 % отн.	9500 ± 5 % отн.	±1,5	ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂)

¹⁾ Изготовители и поставщики ГСО – предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019.

Приложение Б
(рекомендуемое)
Схема подачи ГС при проведении поверки



1 – источник ГС (баллон); 2 – редуктор баллонный; 3 – вентиль точной регулировки; 4 – ротаметр (индикатор расхода); 5 – газоанализатор; 6 – вольтметр универсальный; 7 – источник питания.

Рисунок Б.1 – Схема подачи ГС на газоанализаторы

Приложение В
(обязательное)

Таблица В.1 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	GKL-01-V
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.x.y.z ¹⁾
¹⁾ Номер версии записывается в виде 1.x.y.z, где «1» указывает на метрологически значимую (неизменяемую) часть ПО, а x, y, z (арабские цифры от 0 до 9) описывают модификации ПО, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.).	

Таблица В.2 – Метрологические характеристики газоанализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений ¹⁾ молярной доли кислорода (O ₂), млн ⁻¹	от 0 до 200 от 0 до 500 от 50 до 10000
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, млн ⁻¹ , в диапазоне измерений: - от 0 до 200 млн ⁻¹ - от 0 до 500 млн ⁻¹ - от 50 до 10000 млн ⁻¹	$\pm(0,15+0,05 \cdot C_{\text{вх}})^{2)}$ $\pm(0,4+0,04 \cdot C_{\text{вх}})$ $\pm(7,5+0,03 \cdot C_{\text{вх}})$
Предел допускаемой вариации выходного сигнала, в долях от пределов допускаемой основной погрешности	0,3
Предел допускаемого времени установления выходного сигнала T _{0,9} , с	60
¹⁾ Диапазон измерений определяется при заказе газоанализатора, устанавливается производителем и не может быть изменен пользователем в процессе эксплуатации. ²⁾ C _{вх} – молярная доля кислорода на входе газоанализатора, млн ⁻¹ .	