

**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

«28» августа 2024 г.



**Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы кислорода EMD
Методика поверки
МП 242-2589-2024**

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

А.В. Колобова

«28» августа 2024 г.

**Разработчик
Заместитель руководителя лаборатории**

А.Л. Матвеев

**Санкт-Петербург
2024 г**

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы кислорода EMD (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 периодической 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 приведенной погрешности	да	да	10.1
Подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	10.2

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, рег. № 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 1 и 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, 10532-2014 (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 1 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 напряжения переменного тока частотой от 45 до 1000 Гц в диапазоне измерений от 0 до 500 В, с абсолютной погрешностью не более $\pm(0,008 \times U_{\text{изм}} + 30\text{k})$ В (значение единицы младшего разряда $k=0,1$ В); средства измерений силы постоянного тока в диапазоне измерений от 0 до 10 А, с абсолютной погрешностью не более $\pm(0,006 \times I_{\text{изм}} + 30\text{k})$ А (значение единицы младшего разряда $k=0,001$ А)	Мультиметр цифровой DT-9959, рег. № 58550-14
	Средство измерений объемного расхода, верхняя граница диапазона измерений $0,063 \text{ м}^3/\text{ч}$, класс точности 4 *	Ротаметр РМ-А-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81
	Средство измерений объемного расхода, верхняя граница диапазона измерений $0,25 \text{ м}^3/\text{ч}$, класс точности 4 *	Ротаметр РМ-А-0,25Г УЗ, ГОСТ 13045-81
	Вентиль точной регулировки, рабочее давление 200 кгс/см^2 , диаметр условного прохода 10, 15 мм *	Вентиль точной регулировки тип 3Т26410
	Редуктор баллонный, максимальное входное давление 250 кгс/см^2 , максимальное выходное давление 25 кгс/см^2 *	Редуктор CYL-1 производства GO Regulator
	Редуктор баллонный в комплекте с вентилем точной регулировки, диапазон рабочего выходного давления от 0 до 6 кгс/см^2 , диаметр условного прохода 3 мм *	Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4, максимальное входное давление 20 МПа, максимальное выходное давление 1,25 МПа*

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	Трубка из нержавеющей стали внешний диаметр 1/4" *	Трубка из нержавеющей стали внешний диаметр 1/4"
	Трубка фторопластовая *	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм
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 эксплуатационной документации;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.
- отсутствие механических повреждений газоанализаторов, влияющих на работоспособность.

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

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

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.

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 выдерживать при температуре поверки не менее 24 ч;
- выдерживать 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 в соответствии с разделом «Эксплуатация» руководства по эксплуатации.

8.3.2 Результат проверки функционирования газоанализатора считают положительным, если газоанализаторы переходят в режим измерений (на дисплее отображается измерительная информация, на аналоговых выходах имеется унифицированный токовый сигнал, определяемый с помощью измерительного прибора) и отсутствует сигнализация об отказах.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО газоанализатора (номер версии встроенного ПО отображен в документе «Газоанализаторы кислорода EMD. Технический паспорт и руководство по эксплуатации»);
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в Таблице В.1 Приложения В.

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

10.1 Определение основной приведенной погрешности

Определение основной приведенной 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.

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

Расход ГС устанавливают в диапазоне от 0,23 до 2,3 дм³/мин.

- 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 газоанализатора, рассчитать результат измерения содержания определяемого компонента на входе газоанализатора по формулам:

- для аналогового выходного сигнала в диапазоне от 4 до 20 мА

$$C = \frac{C_B}{16} \cdot (I - 4) \quad (1)$$

где I - значение токового выходного сигнала, мА,
 C_B - значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхней границе поверяемого диапазона измерений, объемная доля, % или млн⁻¹;
 - для аналогового выходного сигнала в диапазоне от 0 до 1 В

$$C = \frac{C_B}{1} \cdot U \quad (2)$$

где U - значение токового выходного сигнала, В;
 C_B - значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхней границе поверяемого диапазона измерений, объемная доля, % или млн⁻¹;
 - для аналогового выходного сигнала в диапазоне от 0 до 10 В

$$C = \frac{C_B}{10} \cdot U \quad (3)$$

где U - значение токового выходного сигнала, В;
 C_B - значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхней границе поверяемого диапазона измерений, объемная доля, % или млн⁻¹.
 г) значение основной приведенной погрешности газоанализатора γ , %, находят по формуле

$$\gamma_i = \frac{C_i - C_i^A}{C_B} \cdot 100, \quad (4)$$

где C_i - результат измерений объемной доли кислорода на входе газоанализатора по показаниям дисплея, а также вычисленный по формулам (1-3), объемная доля определяемого компонента, % или млн⁻¹;
 C_i^A - действительное значение содержания определяемого компонента в i -ой ГС, объемная доля определяемого компонента, % или млн⁻¹.

10.2 Подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям

Газоанализаторы признают соответствующими метрологическим требованиям, если

- результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные;
- результаты проверок по пп. 9 и 10.1 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 – Перечень газовых смесей, используемых при поверке газоанализаторов

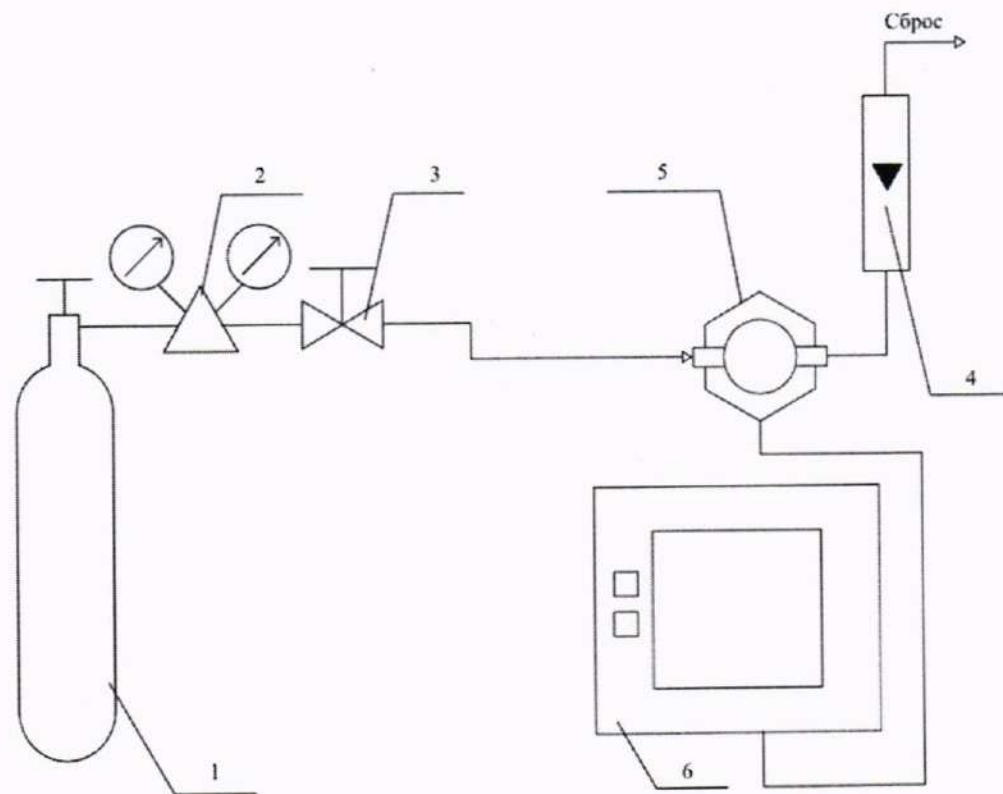
Определяемый компонент / обозначение сенсора	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения			Пределы допускаемой основной погрешности	ГОСТ, ТУ, номер по реестру
		ГС №1	ГС №2	ГС №3		
Кислород (O ₂) / TO2-1х, TO2-2х	от 0 до 10 млн ⁻¹	0,000077 % ± 30 % отн.			±5 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
			0,0005 % ± 20 % отн.	0,00083 % ± 20 % отн.	±4 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
Кислород (O ₂) / TO2-1х, TO2-2х	от 0 до 100 млн ⁻¹	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			0,005 % ± 10 % отн.	0,009 % ± 10 % отн.	±5 % отн.	ГСО 10532-2014 (кислород - азот)
Кислород (O ₂) / TO2-1х, TO2-2х	от 0 до 1000 млн ⁻¹	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			0,05 % ± 10 % отн.	0,09 % ± 10 % отн.	±2,5 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
Кислород (O ₂) / TO2-1х, TO2-2х, PO2-160, PO2-24	от 0 до 1 %	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			0,5 % ± 5 % отн.	0,95 % ± 5 % отн.	±1,5 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)

Определяемый компонент / обозначение сенсора	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения			Пределы допускаемой основной погрешности	ГОСТ, ТУ, номер по реестру
		ГС №1	ГС №2	ГС №3		
Кислород (O ₂) / PO2-160, PO2-24	от 0 до 5 %	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			2,5 % ± 5 % отн.	4,75 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
Кислород (O ₂) / PO2-160, PO2-24	от 0 до 10 %	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			5 % ± 5 % отн.	9,5 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
Кислород (O ₂) / TO2-1х, TO2-2х, PO2-160, PO2-24	от 0 до 25 %	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			12,5 % ± 3 % отн.		±0,6 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
				24,2 % ± 3 % отн.	±0,4 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)

Определяемый компонент / обозначение сенсора	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения			Пределы допускаемой основной погрешности	ГОСТ, ТУ, номер по реестру
		ГС №1	ГС №2	ГС №3		
Кислород (O ₂) / PO2-160, PO2-24	от 0 до 100 %	азот			-	О.ч., сорт 1-й по ГОСТ 9293-74
			50 % ± 3 % отн.		±0,4 % отн.	ГСО 10531-2014 (кислород - азот)
				95 % ± 0,5 % отн.	±0,2 % отн.	ГСО 10532-2014 (кислород - азот)

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
(обязательное)
Схема подачи ГС на газоанализатор



1 – баллон с ГС; 2 – редуктор; 3 – вентиль точной регулировки;
4 – индикатор расхода (ротаметр); 5 – датчик кислорода; 6 – блок управления.

При поверке газоанализаторов с диапазонами измерений объемной доли кислорода от 0 до 1000 млн⁻¹ и менее подачу ГС осуществлять при помощи трубки из нержавеющей стали и редуктора CYL-1.

Рисунок Б.1 – Схема подачи ГС на газоанализаторы

Приложение В
(обязательное)
Метрологические характеристики газоанализаторов

Таблица В.1 – Идентификационные данные встроенного ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PCB-10020
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Version 1.5 ¹⁾

¹⁾ Номер версии записывается в виде 1.х, где «1» указывает на метрологически значимую (неизменяемую) часть ПО, а «х» (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 – Основные метрологические характеристики газоанализаторов

Обозначение электрохимического датчика (сенсора)	Диапазон измерений объемной доли кислорода	Пределы допускаемой основной приведенной (к нормирующему значению) ¹⁾ погрешности, %
TO2-1х, TO2-2х	от 0 до 10 млн ⁻¹	±15
TO2-1х, TO2-2х	от 0 до 100 млн ⁻¹	±15
TO2-1х, TO2-2х	от 0 до 1000 млн ⁻¹	±10
TO2-1х, TO2-2х, PO2-160, PO2-24	от 0 до 1 %	±6
PO2-160, PO2-24	от 0 до 5 %	±6
PO2-160, PO2-24	от 0 до 10 %	±3
TO2-1х, TO2-2х, PO2-160, PO2-24	от 0 до 25 %	±2
PO2-160, PO2-24	от 0 до 100 %	±1

¹⁾ Нормальные условия измерений:
 - диапазон температуры окружающей среды от +15 °С до +25 °С;
 - диапазон относительной влажности окружающей среды при температуре +25 °С от 30 % до 80 %;
 - диапазон атмосферного давления от 98,0 до 104,6 кПа

²⁾ Нормирующее значение – верхний предел диапазона измерений объемной доли кислорода.