

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

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«28» сентября 2021 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы АС32е модификаций АС32е, АС32е/CNH₃

Методика поверки

МП-242-2279-2021

И.о. руководителя научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений

А.В. Колобова

«28» сентября 2021 г.

Инженер

М.Ю. Горбунов

«28» сентября 2021 г.

Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы АС32е модификаций АС32е, АС32е/СNH₃ (далее – газоанализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки распространяется на находящиеся в эксплуатации и вновь изготавливаемые газоанализаторы.

Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость поверяемых газоанализаторов к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовой и газоконденсатной средах ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и на меньшем числе диапазонов измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта	Обязательность проведения операций	
			при первичной поверке	при периодической поверке
1	Внешний осмотр	7	да	да
2	Опробование	8	да	да
2.1	Проверка общего функционирования	8.2.1	да	да
2.2	Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	нет
3	Определение метрологических характеристик средства измерений	10	да	да
3.1	Определение основной погрешности	10.1	да	да
3.2	Определение вариации показаний	10.2	да	да

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

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 90,6 до 104,8;
- относительная влажность воздуха до 80 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с газоанализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, ГОСТ Р 50760-95, Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, эксплуатационной документацией на газоанализаторы, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта НД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
7, 8, 9, 10	Измеритель параметров микроклимата «МЕТЕОСКОП-М» (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 32014-06);
10	Генератор нулевого воздуха ГНГ-01 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 26765-15)
	Генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р, ГГС-К, ГГС-03-03 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 62151-15)
	Стандартные образцы состава газовые смеси в баллонах под давлением: NO/N ₂ (ГСО 10546-2014), NO ₂ /N ₂ (ГСО 10546-2014), NH ₃ /N ₂ (ГСО 10546-2014)
	Ротаметр РМ-А-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81
	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87 внешний диаметр 6 мм
Тройники фторопластовые с обжимными фитингами для трубок диаметром 6 мм	

5.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых газоанализаторов с требуемой точностью (отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого газоанализатора, должно быть не более 1/2).

5.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

6 Требования 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 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

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 декабря 2020 года № 536.

7 Внешний осмотр средства измерений

6.1.1 При внешнем осмотре газоанализатора, должно быть установлено отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность.

6.1.2 Комплектность и маркировка, в том числе знак утверждения типа, должны соответствовать указанным в описании типа на газоанализатор.

6.1.3 Для газоанализатора должны быть установлены:

- исправность органов управления, настройки и коррекции;
- четкость всех надписей на лицевой панели;

- наличие пломбы в месте, указанном в описании типа;
- четкость и контрастность дисплея.

6.1.4 Газоанализатор считается выдержавшей внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Подготавливают газоанализатор к работе в соответствии с требованиями его эксплуатационной документации.

8.1.2 Подготавливают к работе средства поверки, указанные в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.1.3 Проверяют наличие и сроки годности свидетельств о поверке средств поверки, указанные в таблице 2.

8.1.4 Подачу поверочных газовых смесей (ПГС) от генераторов на вход газоанализатора осуществляют с использованием фторопластовой трубки через тройник, контроль расхода на сбросе проводят при помощи ротаметра;

8.1.5 Включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.2 Опробование газоанализатора заключается в проверке общего функционирования.

8.2.1 Проверка общего функционирования

Проверку общего функционирования газоанализаторов (вывод на дисплее значений концентрации, единицы измерений, вида газа, сообщений о неисправности – коды ошибок и т.д.) проводят в процессе тестирования при их включении в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Результаты проверки считают положительными, если все технические тесты завершились успешно.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения (ПО).

9.2 Вывод номера версии (идентификационного номера) встроенного ПО осуществляется любым из перечисленных ниже способов:

- посредством отображения на сенсорном дисплее газоанализатора, через сервисное меню («Режим измерения» → «information»);

- посредством отображения на мониторе ПК, подключенного через цифровой выходной интерфейс Ethernet к газоанализатору по локальной сети. (в веб-браузере ввести указанный в руководстве по эксплуатации IP-адрес газоанализатора → «Режим измерения» → «information»)

- посредством отображения на электронных устройствах, имеющих возможность поддерживать протокол Wi-Fi и имеющих веб-браузер, подключенных к газоанализатору по беспроводному протоколу обмена данными Wi-Fi (на электронном устройстве ввести пароль сети Wi-Fi конкретного газоанализатора, указанный в руководстве по эксплуатации → в веб-браузере ввести указанный в руководстве по эксплуатации IP-адрес газоанализатора → «Режим измерения» → «information»).

9.3 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификаци-

онным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение основной приведенной (относительной) погрешности проводят при поочередной подаче на газоанализатор ПГС в последовательности: №№ 1-2-3-4-3-2-1-4 или 1-2-3-2-1-3 и считывании показаний с дисплея газоанализатора, монитора ПК, подключенного через цифровой выходной интерфейс Ethernet или с электронного устройства, подключенного к газоанализатору по беспроводному протоколу обмена данными Wi-Fi для каждой ПГС.

Подачу ПГС на газоанализатор осуществляют в соответствии с п. 8.1.4 настоящей методики.

Номинальные значения содержания определяемых компонентов в ПГС приведены в таблице А.1. Приложения А.

Значения основной приведенной погрешности (γ в %) для диапазонов, приведенных в таблицах Б.1. и Б.2. Приложения Б, рассчитывают по формуле 1.

$$\gamma = \frac{X_i - X_d}{X_k} \cdot 100 \quad (1)$$

где:

X_i – показания газоанализатора при подаче ГС, млн⁻¹ (млрд⁻¹);

X_d – действительное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, млн⁻¹ (млрд⁻¹);

X_k – верхний предел диапазона измерений, млн⁻¹ (млрд⁻¹);

Значения основной относительной погрешности (δ в %) для диапазонов, приведенных в таблицах Б.1. и Б.2. Приложения Б, рассчитывают по формуле 2.

$$\delta = \frac{X_i - X_d}{X_d} \cdot 100 \quad (2)$$

10.2 Определение вариации показаний

Определение вариации показаний допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 6.3.1.

Значение вариации показаний (σ_δ) для ПГС № 2 в долях от пределов основной приведенной погрешности (γ , %), рассчитывают по формуле 3.

$$\sigma_\delta = \frac{X_\delta - X_m}{X_k \gamma} \cdot 100 \quad (3)$$

где X_δ , X_m – измеренное значение объемной доли определяемого компонента в ПГС при подходе к точке проверки со стороны больших и меньших значений, млн⁻¹ (млрд⁻¹);

Значение вариации показаний (σ_δ) для ПГС № 3 в долях от пределов основной относительной погрешности (δ , %), рассчитывают по формуле 4.

$$\sigma_\delta = \frac{X_\delta - X_m}{X_d \delta} \cdot 100 \quad (4)$$

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение основной погрешности считают положительным, если основная приведенная и относительная погрешность не превышают значений, приведенных в таблице Б.1. Приложения Б.

11.2 Определение вариации показаний считают положительным, если значение вариации в каждой точке проверки не превышает 0,5 долей от основной погрешности.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки в. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении В.

12.2 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца газоанализатора выдают свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

12.4 Нанесение знака поверки на средство измерений не предусмотрено.

Таблица А.1 - Технические характеристики газовых смесей, используемых для поверки газоанализаторов

Определяемый компонент	Диапазоны измерений объемной доли, млн ⁻¹ (млрд ⁻¹)	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹ (млрд ⁻¹)				Источник получения ГС *
		ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	ПГС №4	
Оксид азота (NO)	от 0,00 до 50,00 (млрд ⁻¹) включ. св. 50,00 до 1000 (млрд ⁻¹)	0,00 (млрд ⁻¹)	-	-	-	ГНГ-01
		-	45,00±5,00 (млрд ⁻¹)	500,0±50,0 (млрд ⁻¹)	900,0±90,0 (млрд ⁻¹)	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NO/N ₂)
	от 0,00 до 0,05 включ. св. 0,05 до 10,00	0,000	-	-	-	ГНГ-01
		-	0,045±0,005	5,0±0,1	9,5±0,5	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NO/N ₂)
	от 0,00 до 4,00 включ. св. 4,00 до 10	0,000	-	-	-	ГНГ-01
		-	3,80±0,20	9,5±0,5	-	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NO/N ₂)
Диоксид азота (NO ₂), сумма окислов азота (NO _x) в пересчете на NO ₂	от 0,00 до 50,00 (млрд ⁻¹) включ. св. 50,00 до 1000 (млрд ⁻¹)	0,00 (млрд ⁻¹)	-	-	-	ГНГ-01
		-	45,00±5,00 (млрд ⁻¹)	500,0±50,0 (млрд ⁻¹)	900,0±90,0 (млрд ⁻¹)	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NO ₂ /N ₂)
	от 0,00 до 0,05 включ. св. 0,05 до 7,0	0,000	-	-	-	ГНГ-01
		-	0,045±0,005	3,5±0,1	6,5±0,5	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NO ₂ /N ₂)
	от 0,00 до 1,00 включ. св. 1,00 до 7,0	0,000	-	-	-	ГНГ-01
		-	0,95±0,05	6,5±0,5	-	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NO ₂ /N ₂)
Аммиак (NH ₃)	от 0,00 до 50,00 (млрд ⁻¹) включ. св. 50,00 до 1000(млрд ⁻¹)	0,00 (млрд ⁻¹)	-	-	-	ГНГ-01
		-	45,00±5,00 (млрд ⁻¹)	500,0±50,0 (млрд ⁻¹)	900,0±90,0 (млрд ⁻¹)	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NH ₃ /N ₂)
	от 0,00 до 0,05 включ. св. 0,05 до 10	0,000	-	-	-	ГНГ-01
		-	0,045±0,005	5,0±0,1	9,5±0,5	Генератор ГГС в комплекте с ГСО 10546-2014 (NH ₃ /N ₂)

* ПГС получают путем разбавления стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением при помощи генераторов. Газом-разбавителем служит воздух, полученный от генератора нулевого воздуха утвержденного типа.

Допускается использование других стандартных образцов состава газовых смесей при условии, что точностные характеристики будут не хуже, чем у приведенных в таблице ГСО.

Информация о стандартных образцах состава газовых смесей утвержденного типа доступна на сайте Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

Таблица Б.1 - Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализаторов ¹⁾

Определяемый компонент (измерительный канал)	Диапазон показаний, млрд ⁻¹	Диапазон измерений		Пределы допускаемой основной погрешности**	
		объемной доли, млрд ⁻¹	Массовой концентрации*, мкг/м ³	приведенной***, (γ), %	относительной (δ), %
Оксид азота (NO)	от 0,00 до 1000	от 0,00 до 50,00 включ. св. 50,00 до 1000	от 0,00 до 60,00 включ. св. 60,00 до 1350	± 15 -	- ± 15
Диоксид азота (NO ₂), Сумма оксидов азота (NO _x) в пересчете на NO ₂	от 0,00 до 1000	от 0,00 до 50,00 включ. св. 50,00 до 1000	от 0,00 до 100,0 включ. св. 100,0 до 2000	± 15 -	- ± 15
Аммиак (NH ₃)	от 0,00 до 1000	от 0,00 до 50,00 включ. св. 50,00 до 1000	от 0,00 до 40,00 включ. св. 40,00 до 800,0	± 15 -	- ± 15

* Пересчет значений объемной доли X в млрд⁻¹ в массовую концентрацию С, мкг/м³, проводят по формуле: $C = X M/V_m$, где
M – молярная масса компонента, г/моль,
V_m – молярный объем газа-разбавителя – азота или воздуха, равный 22,4 дм³/моль при условиях (0 °С и 101,3 кПа) для атмосферного воздуха.
** Пределы допускаемой основной погрешности нормированы при условии использования для градуировки и поверки газоанализаторов поверочного нулевого газа с объемной долей определяемой примеси, не более 0,0005 млн⁻¹ для NO и NO₂, 0,005 млн⁻¹ для NH₃ (генератор нулевого воздуха утвержденного типа, например, ZAG мод. ZAG7001, ГНГ-01).
*** Нормирующее значение – верхний предел диапазона измерений.

¹⁾ Для газоанализаторов, изготовленных до 2021 г. под торговой маркой «Environnement S.A.».

Таблица Б.2 - Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализаторов ¹⁾

Определяемый компонент	Диапазон измерений		Пределы допускаемой основной погрешности**	
	объемной доли, млн ⁻¹	массовой концентрации*, мг/м ³	приведенной***, (γ), %	относительной (δ), %
Оксид азота (NO)	от 0,00 до 0,05 включ. св. 0,05 до 10,00	от 0,00 до 0,07 включ. св. 0,07 до 13,40	±15 -	- ±15
	от 0,00 до 4,00 включ. св. 4,00 до 10,0	от 0,00 до 5,00 включ. св. 5,00 до 12,5	±15 -	- ±15
Диоксид азота (NO ₂), Сумма оксидов азота (NO _x) в пересчете на NO ₂	от 0,00 до 0,05 включ. св. 0,05 до 7,0	от 0,00 до 0,10 включ. св. 0,10 до 14,35	±15 -	- ±15
	от 0,00 до 1,00 включ. св. 1,00 до 7,0	от 0,00 до 1,91 включ. св. 1,91 до 13,4	±15 -	- ±15
Аммиак (NH ₃)	от 0,00 до 0,05 включ. св. 0,05 до 10,0	от 0,00 до 0,04 включ. св. 0,04 до 7,6	±15 -	- ±15

* Пересчет значений объемной доли X в млн⁻¹ в массовую концентрацию С, мг/м³, проводят по формуле: $C = X M/V_m$, где

M – молярная масса компонента, г/моль,

V_m – молярный объем газа-разбавителя – азота или воздуха, равный:

- 22,4 дм³/моль при условиях (0 °С и 101,3 кПа) для атмосферного воздуха;

- 24,04 дм³/моль при условиях (20 °С и 101,3 кПа) для воздуха рабочей зоны.

** Пределы допускаемой основной погрешности нормированы при условии использования для градуировки и поверки газоанализаторов поверочного нулевого газа с объемной долей определяемой примеси, не более 0,0005 млн⁻¹ для NO и NO₂, 0,005 млн⁻¹ для NH₃ (генератор нулевого воздуха утвержденного типа, например, ZAG мод. ZAG7001, ГНГ-01).

*** Нормирующее значение – верхний предел диапазона измерений.

¹⁾ Для газоанализаторов, изготовленных с 2021 г. под торговой маркой «ENVEA».

Протокол поверки газоанализаторов АС32е модификаций АС32е, АС32е/СNH₃
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ _____ модификация _____

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Регистрационный номер _____

Заказчик _____

Серия и номер клейма предыдущей поверки: _____

Дата предыдущей поверки: _____

Методика поверки: _____

Основные средства поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____.

2 Результаты опробования

2.1 Результаты проверки общего функционирования _____

2.2 Результаты подтверждения соответствия программного обеспечения _____

3 Результаты определение метрологических характеристик

3.1 Результаты определения основной погрешности _____

3.2 Результаты определения вариации показаний _____

Заключение: на основании результатов первичной (или периодической) поверки газоанализаторы признаны соответствующими установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодны к применению.

Поверитель: _____

Дата поверки: _____