

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
М.п.



«02» апреля 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**КОМПЛЕКС ПЕРЕНОСНОЙ ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИЙ
КПГ**

Методика поверки

МП-242-2393-2021

И.о. руководителя научно- исследовательского
отдела Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
А.В. Колобова

Инженер А.А. Нечаев

Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на комплекс переносной газоаналитический КПП и устанавливает методы и средства его первичной поверки при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методикой поверки обеспечивается прослеживаемость к ГПЭ единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 путем компарирования с Государственным вторичным эталоном единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице 2.1.ZZB.0267.2018.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки на меньшем числе величин (определяемых компонентов) в соответствии с заявлением владельца, с обязательным указанием об объеме проведенной поверки. При проведении поверки на меньшем числе величин (определяемых компонентов) обязательно определение относительной погрешности измерений молярной доли и массовой концентрации для следующих компонентов: SO_2 , CO , NO .

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 | Номер пункта методики поверки | Проведение операций при | |
|--|-------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| | | первичной поверке | периодической поверке |
| 1 Внешний осмотр | 7 | Да | Да |
| 2 Опробование | 8 | Да | Да |
| 2.1 Проверка общего функционирования | 8.4 | Да | Да |
| 2.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда | 8.5 | Да | Да |
| 3 Проверка программного обеспечения средства измерений | 9 | Да | Да |
| 4 Определение метрологических характеристик | 10 | Да | Да |
| 4.1 Проверка диапазонов измерений и определение относительной погрешности измерений молярной доли и массовой концентрации определяемых компонентов | 10.1 | Да | Да |
| 5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | 11 | Да | Да |

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

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность окружающей среды, % не более 90;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с комплексом и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ Р 52931-2008, приказом Росстандарта от 14 декабря 2018 № 2664, руководством по эксплуатации комплекса и эталонных средств измерений, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

| Номер пункта методики поверки | Наименование основного или вспомогательного средства поверки. Требования к средству поверки. Основные метрологические или технические характеристики. |
|-------------------------------|--|
| 10 | Прибор комбинированный Testo-622, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,0$ %, диапазон измерений температуры от -10 до $+60$ оС, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,4$ оС, диапазон измерений атмосферного давления от -300 до 1200 гПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 3,0$ |
| 10 | Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм |
| 10 | Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм |
| 10.1 | Государственный вторичный эталон единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице, рег № 2.1.ZZB.0267.2018 |
| 10.1 | Поверочный нулевой газ –воздух по ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный по ГОСТ 9293—74 |
| 10.1 | Стандартные образцы состава – газовые смеси в баллонах под давлением ГСО 10546-2014 (CO/N ₂ , NO/N ₂ , NO ₂ /N ₂ , SO ₂ /N ₂ , HCl/N ₂ , HF/N ₂ , NH ₃ /N ₂), ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂ , CH ₄ /N ₂), ГСО 10546-2014 SO ₂ /CO/NO/N ₂ (Приложение А) ¹⁾ |
| 10.1 | Технический чистый газ диоксид углерода по ГОСТ 8050-85 |
| 10.1 | Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 |

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

- номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС из таблицы Приложения А;
- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой погрешности поверяемого комплекса, должно быть не более 1/2.

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик комплекса с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки, приведенные в п. 5.1, должны иметь сведения о поверке в Федеральном информационном фонде.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Содержание вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.2 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

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 опасных производственных объектов,

на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением", утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

6.4 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.5 К поверке допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на комплекс и прошедшие необходимый инструктаж.

6.6 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие комплекса требованиям РЭ по комплектности и маркировке. На корпусе газоанализатора МСА 10 m и элементов блока отбора и подготовки газовой пробы не должно быть вмятин, нарушения покрытия, коррозионных пятен и других дефектов.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

1) подготавливают комплекс КПП к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации;

2) проверяют наличие паспортов и сроки годности поверочных газовых смесей (далее - ПГС);

3) баллоны с ПГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемый газоанализатор - в течение 2 ч;

4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

5) включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.2 При проверке диапазонов измерений и определении относительной погрешности объемной доли и массовой концентрации для всех измеряемых компонентов собирают газовую следующую схему

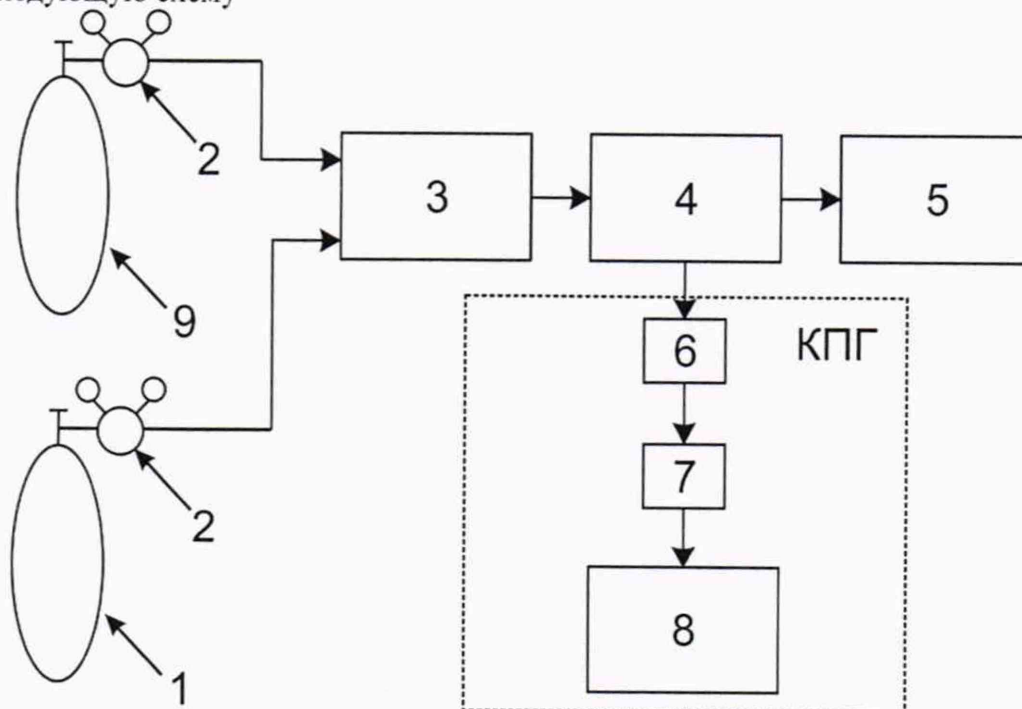


Рис. 1 Газовая схема для проверки диапазонов измерений и определении относительной погрешности объемной доли и массовой концентрации измеряемых компонентов

1 – баллон с ГСО-ПГС

2 – редуктор

3 – генераторный блок ГГС-РМ вторичного эталона

4 – рабочая обогреваемая камера вторичного эталона

- 5 – газоаналитический блок вторичного эталона
- 6 – пробоотборный зонд комплекса КПП
- 7 – обогреваемая линия комплекса КПП
- 8 – анализатор МСА 10 m комплекса КПП
- 9 – баллон с газом- разбавителем

Баллоны с ГСО (1) и газом разбавителем (9) подсоединяются к генераторному блоку ГГС-РМ (3), приготовленная блоком газовая смесь по обогреваемой линии поступает в рабочую обогреваемую камеру вторичного блока (4), по установленному в камеру пробоотборному зонду ГС по обогреваемой линии поступает на анализатор МСА 10 m комплекса КПП. Так же одновременно ГС поступает на газоаналитический блок вторичного эталона.

8.3 Перед проведением поверки должна быть проведена корректировка нулевых показаний и чувствительности в соответствии с РЭ на газоанализатор МСА 10 m. В процессе поверки проведение указанных операций не допускается.

8.4 Проверка общего функционирования комплекса

Включают мобильный многокомпонентный анализатор МСА 10 m в соответствии с РЭ на прибор. Запускают программу внешнего управления газоанализатором и ожидают окончания прогрева (около 2 ч). Включают блок терморегулирования для зонда и греющей линии.

Результат проверки общего функционирования считают положительным, если:

- после окончания прогрева в программе внешнего управления отсутствуют сообщения об ошибках и появляется главное меню, информация о газоанализаторе и конфигурация компонентов;

- на блоке терморегулирования для зонда и греющей линии отображаются температуры нагрева зонда и обогреваемой линии, отсутствует индикация об ошибках.

8.5 Проверка герметичности пробоотборного зонда

Проверка осуществляется с использованием ПНГ (азот газообразный в баллоне под давлением по ГОСТ 9293-74) и ГСО O_2/N_2 ($1\pm 0,1$) %. Подачу ГС проводят в соответствии с РЭ на газоанализатор МСА 10 m.

Указанные ПГС подаются непосредственно на вход газоанализатора МСА 10 m и фиксируются показания газоанализатора по каналу кислорода.

К пробоотборному зонду подсоединяется пробоотборная линия. Выходной штуцер обогреваемой линии соединяется в входным штуцером газоанализатора.

Указанные ПГС подаются на вход пробоотборного зонда.

Результаты считаются положительными, если изменение показаний газоанализатора МСА 10 m не превышает:

- 0,3 % об. (при подаче ПНГ) и
- 5 % отн. (при подаче ГСО O_2/N_2 ($1,0\pm 0,1$) %).

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 При проверке программного обеспечения комплекса КПП необходимо проверить номера версии встроенного и автономного программного обеспечения (далее – ПО) мобильного многокомпонентного анализатора МСА 10 m.

9.2 Для вывода номеров версии встроенного и автономного программного обеспечения газоанализатора МСА 10 m следует:

- включить и прогреть анализатор МСА 10 m согласно руководству по эксплуатации.
- запустить программу управления анализатором «МСА10m_HID.exe»

Номера версии встроенного и автономного программного обеспечения должны отображаться в правом углу окна программы в строчке «software version»:

| | |
|-----------------------------|------------------|
| device type : | MCA10 |
| serial number : | 20344 |
| software version : | V 1.14 1.15 1.15 |
| date of manufacture: | 2020/02/01 |

Первое сочетание цифр после символа «V» в формате «X.XX» должно быть номером версий автономного ПО (MCA10m PC-Software).

Далее после символа разделения «|» должен быть номер версии встроенного ПО материнской платы (MCA10m Mainboard).

Затем после символа разделения «|» должен быть номер версии встроенного ПО контроллера (MCA10m Controller).

9.3 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными, если номера версий встроенного и автономного ПО соответствует указанному в описании типа на комплекс.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительной погрешности проводится путем компарирования с Государственным вторичным эталоном единиц молярной (объемной) доли в диапазоне от $1,2 \text{ млн}^{-1}$ до 500000 млн^{-1} и массовой концентрации в диапазоне от 2 мг/м^3 до 10000 мг/м^3 газовых компонентов в промышленных выбросах в реальной матрице 2.1.ZZB.0267.2018.

Определение относительной погрешности проводится при подаче нагретых и увлажненных парогазовых смесей (далее - ПГС) (ГСО 10546-2014 (CO/N₂, NO/N₂, NO₂/N₂, SO₂/N₂, HCl/N₂, HF/N₂, NH₃/N₂), ГСО 10531-2014 (O₂/N₂, CH₄/N₂), ГСО 10546-2014 SO₂/CO/NO/N₂ в баллонах под давлением) с температурой 180 °С и относительной влажностью 3 и 30 %, последовательности: №№ 1 – 2 – 3 (таблица 1 приложение А) на вход пробоотборного зонда с обогреваемой линией и считывании показаний с газоанализатора MCA 10 m.

Увлажненные ПГС подаются с помощью генераторного блока ГГС-РМ, входящего в комплект вторичного эталона, в соответствии с руководством по эксплуатации Хд 1.456.522.

Для испытаний по определению относительной погрешности измерений объемной доли CO₂/N₂ используется генераторный блок ГГС-РМ для создания эталонной влажной парогазовой смеси (CO₂ / N₂) с температурой 180 °С и относительной влажностью 3 и 30 %, последовательности: №№ 1 – 2 – 3 (таблица 1 приложение А). В качестве чистого газа для разбавления целевого компонента CO₂ используют технический чистый диоксид углерода (по ГОСТ 8050-85).

Для испытаний по определению относительной погрешности измерений объемной доли воды (H₂O) используют генераторный блок ГГС-РМ в соответствии с руководством по эксплуатации Хд 1.456.522 для создания эталонной влажной парогазовой смеси (H₂O / N₂) в последовательности 1 – 2 – 3 (таблица 1 приложение А).

Одновременно проводят подачу ГС на стационарный высокоточный газоаналитический блок ВТГАБ-РМ, входящий в комплект вторичного эталона, для определения действительного значения массовой концентрации компонентов в ГС в соответствии с руководством по эксплуатации Хд 1.456.523 РЭ.

Относительную погрешность канала (δ , %) вычисляют по формуле:

$$\delta = \frac{C_i - C_d}{C_d} \cdot 100 \quad (1)$$

C_i – показания мобильного многокомпонентного анализатора MCA 10 m, входящего в состав комплекса КППГ, при подаче ГС, мг/м³ (% об.);

C_d – действительное значение массовой концентрации определяемого компонента в ГС, определенное на вторичном эталоне, мг/м³ (% об.).

Результаты определения считают положительными, если полученные значения суммарной относительной погрешности не превышают значений, указанных в таблице 1 приложения Б.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Проверяется соответствие полученных значений относительной погрешности измерений объемной доли и массовой концентрации для всех измеряемых компонентов комплекса переносного газоаналитического КПП установленным метрологическим требованиям в Приказе Росстандарта от 31.12.2020 г. №2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах» для рабочих эталонов 1-го разряда.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в приложении В.

12.2 Комплекс удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца комплекса 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.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей, используемых при испытаниях комплекса КПП

Таблица 1

| Наименование величины | Определяемый целевой компонент | Диапазон измерений массовой концентрации (мг/м ³), молярной доли (%) | Номинальное значение массовой концентрации определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³ /% | | | Источник получения ГС ²⁾ (Номер ГСО) |
|--|-------------------------------------|--|---|---------|---|--|
| | | | ПГС №1 | ПГС №2 | ПГС №3 | |
| Массовая концентрация | CO | от 50 до 5000 | ПНГ | 55±5 | 4500±400 | ГСО 10546-2014 (CO/N ₂) |
| | NO | от 25 до 300 включ. св. 300 до 3000 | ПНГ | 300±30 | 2700±200 | ГСО 10546-2014 (NO/N ₂) |
| | NO ₂ | от 25 до 500 | ПНГ | 30±3 | 475±25 | ГСО 10546-2014 (NO ₂ /N ₂) |
| | SO ₂ | от 10 до 50 включ. св. 50 до 200 | ПНГ | 50±5 | 180±20 | ГСО 10546-2014 (SO ₂ /N ₂) |
| | | св. 200 до 5000 | ПНГ | 250±25 | 4500±400 | |
| | NH ₃ | от 5 до 20 включ. св. 20 до 100 | ПНГ | 20±2 | 80±10 | ГСО 10546-2014 (NH ₃ /N ₂) |
| | | св. 100 до 500 | ПНГ | 110±10 | 450±40 | |
| | HCl | от 50 до 500 включ. св. 500 до 3000 | ПНГ | 500±50 | 2700±200 | ГСО 10546-2014 (HCl/N ₂) |
| | HF | от 2 до 10 включ. св. 10 до 100 | ПНГ | 10±1 | 90±10 | ГСО 10546-2014 (HF/N ₂) |
| CH ₄ | от 25 до 100 включ. св. 100 до 1000 | ПНГ | 100±10 | 900±100 | ГСО 10531-2014 (CH ₄ /N ₂) | |
| Молярная доля | CO ₂ | от 1 до 20 % включ. св. 20 до 50 % | ПНГ | 20±2 % | 45±5 % | Технический чистый CO ₂ по ГОСТ 8050-85 |
| | O ₂ | от 0 до 5 % включ. св. 5 до 25 % | ПНГ | 5±1 % | 19±2 % | ГСО 10531-2014 (O ₂ /N ₂) |
| | H ₂ O | от 1 до 10 % включ. св. 10 до 40 % | ПНГ | 10±1 % | 35±5 % | Генераторный блок ГГС-РМ |
| ¹⁾ ПНГ - поверочный нулевой газ –азот газообразный по ГОСТ 9293-74 ²⁾ Допускается использование многокомпонентной ГС SO ₂ /CO/NO/N ₂ (ГСО 10546-2014) | | | | | | |

Таблица 1 – Метрологические характеристики

| Наименование величины | Определяемый компонент | Диапазон измерений | Пределы допускаемой относительной погрешности, % |
|--|---------------------------------------|--|--|
| Массовая концентрация | Оксид углерода (CO) | от 50 до 5000 мг/м ³ | ±7,0 |
| | Оксид азота NO | от 25 до 300 мг/м ³ включ. | ±10,0 |
| | | св. 300 до 3000 мг/м ³ | ±5,0 |
| | Диоксид азота NO ₂ | от 25 до 500 мг/м ³ | ±10,0 |
| | Диоксид серы SO ₂ | от 10 до 50 мг/м ³ включ. | ±(13-0,1·Y) |
| | | св. 50 до 200 мг/м ³ включ. | ±(9-0,02·Y) |
| | | св. 200 до 5000 мг/м ³ | ±5,0 |
| | Хлористый водород HCl | от 50 до 500 мг/м ³ включ. | ±(7,2-0,0044·Y) |
| | | св. 500 до 3000 мг/м ³ | ±5,0 |
| | Аммиак NH ₃ | от 5 до 20 мг/м ³ включ. | ±(13,4-0,26·Y) |
| св. 20 до 100 мг/м ³ включ. | | ±(8,8-0,04·Y) | |
| св. 100 до 500 мг/м ³ | | ±5,0 | |
| Метан CH ₄ | от 25 до 100 мг/м ³ включ. | ±(6,1-0,01·Y) | |
| | св. 100 до 1000 мг/м ³ | ±5,0 | |
| Фтористый водород HF | от 2 до 10 мг/м ³ включ. | ±(13,8-0,88·Y) | |
| | св. 10 до 100 мг/м ³ | ±5,0 | |
| Молярная доля | Вода H ₂ O | от 1 до 10 % включ. | ±(10,56-0,56·Y) |
| | | св. 10 до 40 % | ±5,0 |
| | Диоксид углерода CO ₂ | от 1 до 20 % включ. | ±(6,16-0,16·Y) |
| | | св. 20 до 50 % | ±3,0 |
| | Кислород O ₂ | от 1 до 5 % включ. | ±(4,5-0,5·Y) |
| | | св. 5 до 25 % | ±2,0 |

Таблица 2 – Основные технические характеристики

| Наименование характеристики | Значение | | | |
|---|-------------|------------------------------|------------|-------------|
| Номинальное значение температуры пробоотборного зонда и обогреваемой линии, °C | 180 | | | |
| Отклонение температуры зонда и обогреваемой пробоотборной линии от заданного значения, °C, не более | ±3 | | | |
| Габаритные размеры, мм, не более | MCA 10 m | Блок ETL.197. 100.4700 | ETL GSL | ETL PGSP |
| – высота | 460 | 250 | - | 232 |
| – ширина | 540 | 200 | - | 391 |
| – длина | 500 | 140 | 7000 | 105 |
| - диаметр | - | - | 80 | - |
| Масса, кг, не более | 50 | 4 | 6 | 5 |
| Средняя наработка на отказ, ч | 5000 | | | |
| Средний срок службы, лет | 5 | | | |
| Параметры электрического питания: | | | | |
| – напряжение переменного тока, В | 220±22 | | | |
| – частота переменного тока, Гц | 50±1 | | | |
| Потребляемая мощность, В·А, не более | 2500 | | | |

| Наименование характеристики | Значение |
|--|--|
| Номинальное значение температуры пробоотборного зонда и обогреваемой линии, °С | 180 |
| Отклонение температуры зонда и обогреваемой пробоотборной линии от заданного значения, °С, не более | ±3 |
| Условия эксплуатации: – температура окружающего воздуха, °С – атмосферное давление, кПа – относительная влажность (без конденсации влаги), % | от +5 до +40 от 84 до 106 не более 90 |
| Условия эксплуатации пробоотборного зонда с обогреваемой линией: – температура окружающего воздуха, °С – атмосферное давление, кПа – относительная влажность (без конденсации влаги), % | от -20 до +60 от 84 до 106 не более 90 |
| Условия транспортирования: – температура окружающего воздуха, °С – атмосферное давление, кПа – относительная влажность (без конденсации влаги), % | от -10 до +40 от 84 до 106 не более 90 |

Протокол поверки комплекса КПП

Зав.№ 20344

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

1. температура окружающего воздуха _____ °С;
2. атмосферное давление _____ кПа;
3. относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

2.1 Проверка общего функционирования _____

2.2 Проверка герметичности пробоотборного зонда _____

2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения _____

3 Определение метрологических характеристик

3.1 Определение основной относительной погрешности комплекса КПП

| Определяе- мый компо- нент | Диапазоны измере- ний | Пределы допускаемой относительной погреш- ности | Максимальные значения относительной погрешности, % |
|----------------------------------|--------------------------|---|--|
| | | | |
| | | | |

Заключение _____

Поверитель _____