

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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

« 22 » апреля 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы трассовые Spectrex SafEye 300
Методика поверки
МП 242-2496-2022

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

А.В. Колобова
" 22 " апреля 2022 г.

Руководитель лаборатории

Т.Б. Соколов

г. Санкт-Петербург
2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Газоанализаторы трассовые Spectrex SafEye 300 (в дальнейшем – газоанализаторы), выпускаемые корпорацией «Emerson Electric Co.», США (производственная площадка - фирма «Spectronix Ltd.», Израиль), и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

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 от 31 декабря 2020 № 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, обеспечивающие реализацию методики поверки - **прямое измерение** поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой 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 отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

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	
1 Внешний осмотр	да	да	7
2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1
3 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.2
4 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
5 Определение метрологических характеристик			10
5.1 Определение основной погрешности	да	да	10.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
5.2 Определение времени установления выходного сигнала	да	нет	10.2
6 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	11

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;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 3,0.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с газоанализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, ГОСТ Р 52350.29.4-2011, ГОСТ Р 52931-2008, Приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 «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)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 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	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 Минпромторга России от 31 декабря 2020 г. № 2315 (характеристики ГС приведены в Приложении А)	ГСО 10532-2014 (CH ₄ /N ₂) ¹⁾
	Азот газообразный в баллонах под давлением	Азот газообразный особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74
	Средство измерений интервалов времени, класс точности 3	Секундомер механический СОПпр, рег. № 11519-11
	Средство измерений силы постоянного тока, верхняя граница измерений силы постоянного тока 20 мА, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm(0,015 \cdot I + 0,03)$ мА, где I – измеренное значение силы тока, мА	Мультиметр цифровой Fluke 15B+, рег. № 59778-15
	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 по ТУ 3645-026-00220531-95 в комплекте с вентилем точной регулировки трассовым ВТР-4*
	Вентиль точной регулировки, диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160),
	Трубка поливинилхлоридная *	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) 6×1,5 мм по ТУ6-01-2-120-73 или трубка поливинилхлоридная (ПВХ) 6x1,5 мм по ТУ 64-2-286-79
	Источник питания постоянного тока, диапазон напряжения постоянного тока от 0 до 30 В, сила тока до 2 А *	Источник питания постоянного тока SHENZHEN MASTECH HY3003D-2
	Кювета газовая, внутренний диаметр 70 мм, длина оптического пути не менее 184 мм *	Кювета производства «Spectronix Ltd», модель 799171-13
Устройство для юстировки *	Устройство для юстировки	

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 основной погрешности поверяемого средства измерений, должно быть не более 1/3.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
		производства «Spectronix Ltd» (входит в комплект для ввода в эксплуатацию)
	Оптический фильтр *	Оптический фильтр производства «Spectronix Ltd», модель 794220-5
	Персональный компьютер с установленным ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software» *	Минимальные системные требования: • ЦПУ Pentium® 3 ГГц; • ОС Windows XP, 7, 8, 10; • Оперативная память 2 ГБ; • Свободное место на жестком диске 10 ГБ; • Интерфейсная плата RS-485 с гальванической развязкой, определяемая как последовательный порт COM1, COM2, COM3, COM4 или адаптер цифрового интерфейса RS-232/RS-485 / USB – RS485

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 ²⁾, 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 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 15.12.2020 г. № 536.

6.5 Сброс газов и газовых смесей должен осуществляться за пределы помещения согласно «Правилам безопасности сетей газораспределения и газопотребления», утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору России от 15.12.2020 № 531.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие газоанализаторов следующим требованиям:

²⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

- соответствие комплектности и маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие внешних механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- четкость надписей на корпусах блоков приемника и источника излучения.

7.2 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если газоанализаторы соответствуют перечисленным 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.

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 газоанализаторы при температуре поверки в течение не менее 2 ч;
- подготовить газоанализаторы к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- подготовить к работе эталонные и вспомогательные средства поверки, указанные в разделе 5 настоящей Методики поверки, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.3 Опробование

8.3.1 При опробовании проверяют работоспособность газоанализаторов

8.3.1.1 Включают электрическое питание газоанализаторов, после чего запускается режим самодиагностики.

8.3.1.2 Проводят функциональную проверку газоанализатора с помощью оптического фильтра согласно п. 6.5 Руководства по эксплуатации.

8.3.2 Результаты опробования считают положительными, если все технические тесты газоанализаторов завершились успешно (сообщения об отказах или ошибках отсутствовали), а на дисплее персонального компьютера в рабочем окне «Maintenance» ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software» отображается измерительная информация.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.3.1 Подтверждение проводят путем проверки соответствия идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемых газоанализаторов (номера версии и цифрового идентификатора) идентификационным данным, которые были зафиксированы (внесены в банк данных) при испытаниях газоанализаторов для целей утверждения типа.

9.3.2 Визуализацию идентификационных данных ПО, установленного в газоанализатор, проводят с помощью функций «Version» и «SecC ver.», вызываемых с рабочего окна ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software» путем нажатия на соответствующие кнопки.

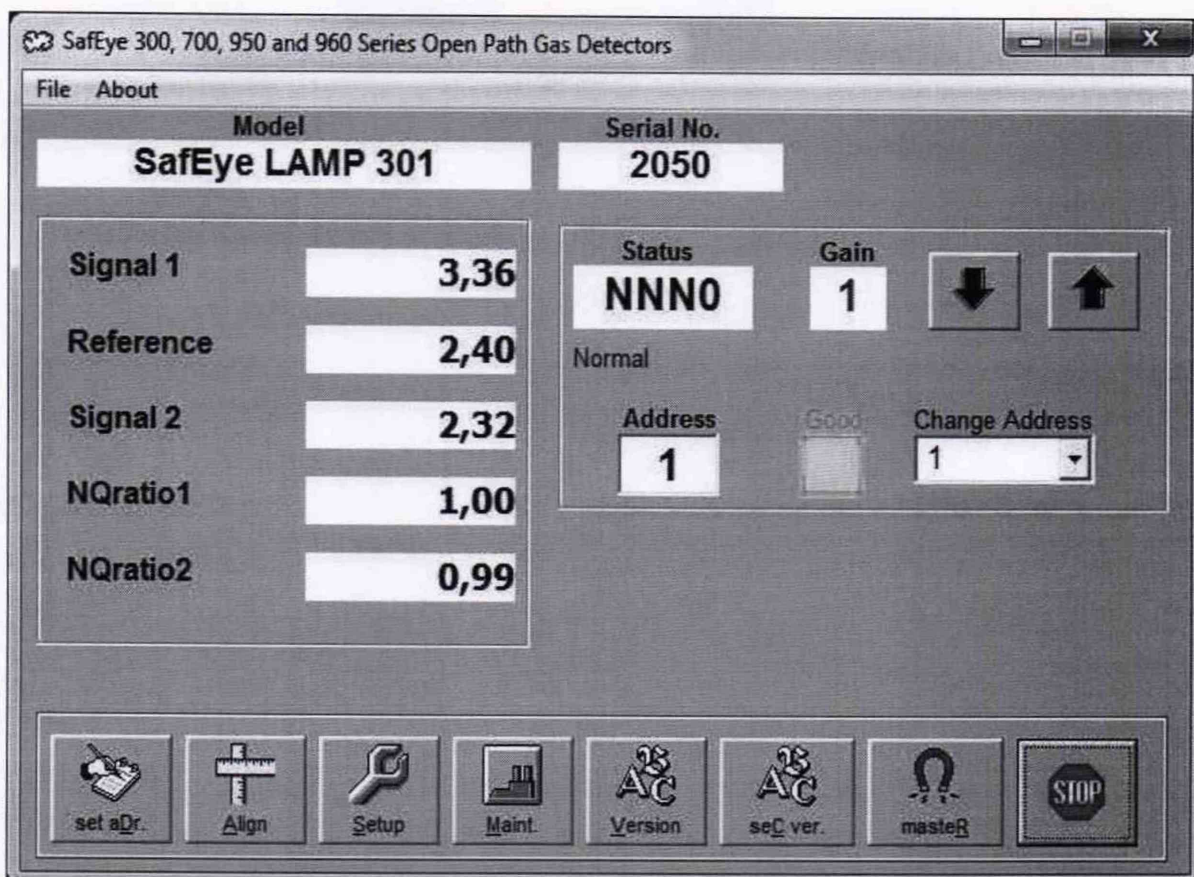


Рисунок 1 – Общий вид рабочего окна ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software»

9.3.3 Результаты подтверждения соответствия ПО считают положительными, если полученные идентификационные данные соответствуют с данным, указанным в Описании типа газоанализаторов³⁾.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение основной погрешности газоанализаторов

Определение основной погрешности газоанализаторов проводится по схеме рисунка 2 при подаче азота особой чистоты, а затем ГС состава определяемый компонент - азот в последовательности №№ 1 – 2 – 3 – 4 (таблица А.1 приложения А, соответственно диапазону измерений) в следующем порядке:

- 1) подсоединить на входной штуцер кюветы проточной газовой газовой линию от баллона с ГС № 1, к выходному штуцеру подключить индикатор расхода;
- 2) открыть баллон с ГС № 1, открыть вентиль точной регулировки, установить значение расхода $(1,0 \pm 0,1)$ дм³/мин;
- 3) подавать ГС течение не менее 10 мин;
- 4) закрыть редуктор на баллоне с ГС №1, закрыть баллон, закрыть заглушкой сначала входной штуцер кюветы, затем - выходной, отсоединить кювету от газовой линии баллона;
- 5) поместить кювету газовую в оптический тракт газоанализатора, зафиксировать установившееся значение выходного токового сигнала и показания дисплея персонального компьютера с ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software» по соответствующему измерительному каналу;

³⁾ Доступно в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

Примечание - здесь и далее под «поместить в оптический тракт газоанализатора кювету газовую» понимается размещение кюветы газовой на одной оси с приемником и источником согласно указаниям эксплуатационной документации газоанализаторов;

б) повторить операции п. 1)-5) для ГС №№ 2, 3, 4.

Примечание – во избежание образования взрывоопасных концентраций определяемых компонентов внутри кюветы газовой при заполнении ее ГС № 2...4, кювета газовая должна быть предварительно заполнена ГС № 1 (азот особой чистоты сорт 2 по ГОСТ 9293-74) согласно п. 1) - 4). Очистку кюветы газовой от ГС № 2...4 также производить продувкой ГС № 1.

Значение интегральной концентрации определяемого компонента по значению выходного токового сигнала (4-20) мА рассчитывают по формуле

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

где I_i - установившееся значение выходного токового сигнала по соответствующему измерительному каналу при подаче i -ой ГС, мА;

C_k - значение интегральной концентрации определяемого компонента, соответствующее значению токового сигнала 20 мА, НКПР·м.

Действительное значение интегральной концентрации определяемого компонента C_d , НКПР·м, при подаче i -ой ГС находят по формуле

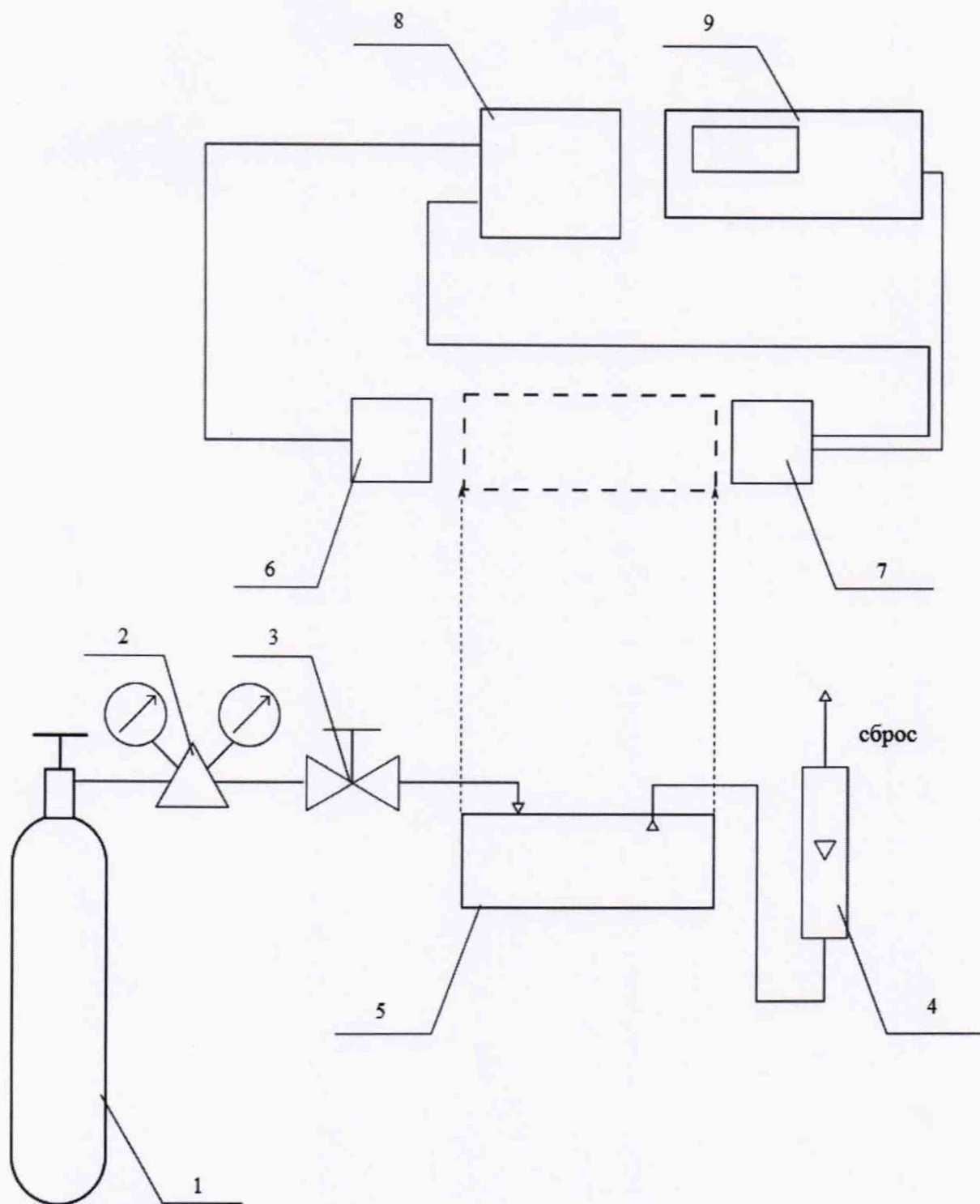
$$C_{d(\text{НКПР}\cdot\text{м})} = L \cdot \frac{C_{\%об.д.}}{C_{\text{НКПР}}}, \quad (2)$$

где L - длина кюветы газовой, м;

$C_{\%об.д.}$ - объемная доля определяемого компонента в i -ой ГС, %;

$C_{\text{НКПР}}$ - объемная доля определяемого компонента, соответствующая нижнему концентрационному пределу распространения пламени (НКПР), %.

Допускается фиксировать результат измерений интегральной концентрации определяемого компонента посредством персонального компьютера с ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software».



- 1 – источник ГС (баллон или генератор);
- 2 – редуктор и вентиль точной регулировки;
- 3 – кювета газовая;
- 4 – индикатор расхода (ротаметр);
- 5, 6 – источник излучения и приемник газоанализатора;
- 7 – источник питания (подключение питания показано условно);
- 8 – вольтметр универсальный, адаптер интерфейса.

Рисунок 2 – Рекомендуемая схема подачи ГС на газоанализаторы трассовые Spectrex SafEye 300 при проведении поверки

Значение основной абсолютной погрешности газоанализатора при подаче i -ой ГС, Δ_i , %, рассчитать по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_d, \quad (3)$$

где C_i - результат измерений интегральной концентрации определяемого компонента, рассчитанный по формуле (1) или полученный по показаниям ПО «WinHost Configuration and Diagnostic Software», НКПР-м;

C_d - действительное значение интегральной концентрации определяемого компонента, рассчитанное по формуле (2), НКПР-м;

Значение основной относительной погрешности газоанализатора при подаче i -ой ГС, δ_i , %, рассчитать по формуле

$$\delta_i = \frac{C_i - C_d}{C_d} \cdot 100 \quad (4)$$

Результат определения основной погрешности газоанализатора считают положительными, если основная погрешность газоанализатора во всех точках не превышает пределов допускаемой основной погрешности, указанных в таблице Б.1 Приложения Б.

10.2 Определение времени установления выходного сигнала

Для проведения данной операции испытаний используют кювету проточную газовую в следующем порядке:

1) Поместить в оптический тракт газоанализатора кювету проточную газовую, заполненную ГС № 3 для соответствующего диапазона измерений.

2) Зафиксировать установившиеся показания газоанализатора, рассчитать значение, равное 0,9 от полученного значения;

3) Извлечь кювету проточную газовую из оптического тракта газоанализатора, зафиксировать установившиеся показания газоанализатора на чистом атмосферном воздухе;

3) Поместить в оптический тракт газоанализатора кювету проточную газовую согласно п. 1), включить секундомер, зафиксировать момент достижения значения, рассчитанного в п. 2).

Допускается проводить определение времени установления выходного сигнала с применением оптического фильтра, обеспечивающего выходной сигнал, соответствующий последней трети диапазона измерений.

Результат определения времени установления показаний считают положительным, если оно не превышает 10 с.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Газоанализаторы признают соответствующим метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, а результаты проверок по пп. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа газоанализаторов.

12 Оформление результатов поверки

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

12.2 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению. При отрицательных результатах газоанализаторы не допускают к применению.

12.3 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

Приложение А

(обязательное)

Характеристики ГС, используемых при поверке

Таблица А.1 – Характеристики ГС, используемых при поверке газоанализаторов

Определяемый компонент	Диапазон измерений интегральной концентрации определяемого компонента, НКПР·м	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС и пределы допускаемого отклонения, % (интегральная концентрация, НКПР·м)				Пределы допускаемой погрешности аттестации	Источник получения ГС	Длина кюветы газовой, м
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3	ГС № 4			
Метан (CH ₄)	от 0 до 1	2,34 % ± 7 % отн.	5,85 % ± 7 % отн.			±2,5 % отн.	ГСО 10532-2014	0,184
		0,1 НКПР·м	0,25 НКПР·м					
				11,70 % ± 5 % отн.	17,55 % ± 5 % отн.	±2 % отн.	ГСО 10532-2014	
				0,5 НКПР·м	0,75 НКПР·м			
Метан (CH ₄)	от 0 до 2,5	5,98 % ± 7 % отн.				±2 % отн.	ГСО 10532-2014	0,184
		0,25 НКПР·м						
			14,95 % ± 5 % отн.					
				0,625 НКПР·м				
				29,89 % ± 5 % отн.	44,84 % ± 5 % отн.	±1 % отн.	ГСО 10532-2014	
				1,25 НКПР·м	1,875 НКПР·м			

Примечания:

- 1) Значения НКПР для определяемых компонентов в соответствии с ГОСТ 31610.20-1-2020.
- 2) Пересчет значений содержания определяемого компонента, выраженных в объемных долях, %, в значения интегральной концентрации, НКПР·м, выполнены по формуле (2) для кюветы газовой длиной 0,184 м.

Приложение Б
(обязательное)

Основные метрологические характеристики газоанализаторов

Таблица Б.1 – Диапазоны измерений, пределы допускаемой погрешности

Диапазон показаний интегральной концентрации ¹⁾ метана, НКПР·м ²⁾	Диапазон измерений интегральной концентрации ¹⁾ метана, НКПР·м ²⁾	Пределы допускаемой основной ³⁾ погрешности	
		абсолютной, НКПР·м	относительной, %
от 0 до 1	от 0 до 0,5 включ. св. 0,5 до 1	±0,1	-
		-	±20
от 0 до 2,5	от 0 до 1,25 включ. св. 1,25 до 2,5	±0,25	-
		-	±20

¹⁾ Суммарное содержание определяемого компонента вдоль оптического пути (п. 3.4.5 ГОСТ Р 52350.29.4-2011).

²⁾ Значение НКПР в соответствии с ГОСТ 31610.20-1-2020, объемная доля: метан 4,4 %.

³⁾ Нормальные условия измерений: температура окружающей среды (20±5) °С, относительная влажность от 30 до 80 %, атмосферное давление (101,3±3) кПа.

Приложение В
(рекомендуемое)
Рекомендуемая форма протокола поверки
Протокол поверки
от _____
(дата поверки)

Наименование СИ	
Зав. №	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования МП	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Средства поверки

(наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/аттестации)

Внешний осмотр средства измерений

(результаты внешнего осмотра средства измерений)

Подготовка к поверке и опробование средства измерений

(результаты подготовки к поверке и опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений

(результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик средства измерений

(результаты определения метрологических характеристик средства измерений)