

УТВЕРЖДАЮ  
Руководитель ГЦИ СИ  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

И.И. Ханов

«23» апреля 2014 г.



Государственная система обеспечения единства измерений  
Анализаторы содержания кислорода переносные КС 50.430-000  
Методика поверки  
МП-242-1744-2014

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

И.А. Конопелько

«23» апреля 2014 г.

Разработал

Инженер

А.Л. Матвеев

Санкт-Петербург  
2014 г.

Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы содержания кислорода переносные КС 50.430-000 (далее - анализаторы), выпускаемые ООО НТФ «БАКС», г. Самара и устанавливает методику их первичной поверки при вводе в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - один год.

## 1 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик	6.4		
- определение основной погрешности	6.4.1	Да	Да
- определение вариации показаний	6.4.2	Да	Нет
- определение времени установления показаний	6.4.3	Да	Да

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

## 2 Средства поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

№ пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6	Барометр-анероид контрольный М-67, ТУ 2504-1797-75, диапазон измерения атмосферного давления от 610 до 790 мм рт. ст, погрешность $\pm 0,8$ мм рт. ст.
	Психрометр аспирационный М-34-М, ГРПИ 405132.001 -92 ТУ, диапазон измерения относительной влажности от 10 до 100 %
	Термометр лабораторный ТЛ4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °С, цена деления 0,1 °С
	Секундомер механический типа СОПр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2
	Трубка из нержавеющей стали с наружным диаметром 3 мм по ГОСТ 14162-79
6.2, 6.4	Сепаратор-каплеотбойник
	Кран трехходовой с металлическим уплотнением
	Азот газообразный по ГОСТ 9293-74, особой чистоты, сорт 1
	Рабочий эталон 1-го разряда - генератор ГК-500 ИБЯЛ.418319.033 ТУ в комплекте с ГСО 10259-2013
	IBM-совместимый компьютер с конвертером RS-485 - RS-232 под управлением ОС семейства MS Windows XP/Vista/7/8 и установленной программой «Х-метр»
	Регулятор давления «до себя» Back Pressure Regulators ВР-3 фирмы GO, давление 0-25 psi

№ пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6.2, 6.4	Редуктор CYL-1 производства «GO Regulator» с металлической мембраной, специализированный для работы с чистыми газами, максимальное давление на входе 250 bar, максимальное выходное давление 5 bar
	Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4, максимальное входное давление 20 МПа, максимальное выходное давление 1,25 МПа
	Стандартные образцы газовых смесей в баллонах под давлением по ТУ 6-16-2956-92 (характеристики приведены в Приложении А)
Примечания: 1) Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке. 2) Допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.	

### 3 Требования безопасности

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

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

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

3.4 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением должны соответствовать “Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением” (ПБ 03-576-03), утвержденным постановлением № 91 Госгортехнадзора России от 11.06.2003 г.

3.5 К поверке допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации анализатора КС 50.430-000 РЭ, эксплуатационную документацию на эталонные средства измерений и прошедшие необходимый инструктаж.

3.6 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

### 4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5
- диапазон относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4,0
мм рт.ст.	760 ± 30
- диапазон расхода анализируемого газа см <sup>3</sup> /мин	от 200 до 2000

### 5 Подготовка к поверке

5.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

5.2 Проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением.

5.3 Баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч.

5.4 Выдержать анализатор и эталонные средства при температуре поверки в течение не менее 24 ч.

5.5 Подготовить анализатор к работе в соответствии руководством по эксплуатации КС 50.430-000 РЭ.

5.6 Подготовить эталонные и вспомогательные средства к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

## 6 Проведение поверки

### 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям раздела 1.3 руководства по эксплуатации КС 50.430-000 РЭ;
- соответствие маркировки требованиям главы 2 руководства по эксплуатации КС 50.430-000 РЭ.

6.1.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

### 6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проводится проверка функционирования анализатора в следующем порядке:

- включить анализатор;
- к штуцеру входа анализируемого газа анализатора подключить генератор ГК-500, задать нулевую концентрацию кислорода и расход 500 см<sup>3</sup>/мин;

6.2.2 Результаты опробования считают положительными если:

- после включения анализатора и подачи газовой смеси на входной штуцер анализатора по окончании времени прогрева отсутствуют сообщения об ошибках;
- анализатор переходит в режим измерений, на дисплее отображается измерительная информация;
- органы управления анализатором функционируют.

### 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят путем проверки соответствия ПО анализатора тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

6.3.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора. Номера версии и контрольная сумма автономного программного обеспечения «Х-метр» и встроенного программного обеспечения «Х-метр» определяется при помощи ПО «Х-метр» после установления связи с прибором. Эти сведения находятся на вкладке «О программе» меню «Помощь».

Например:

Версия MetrologyLibrary.dll	1.0.0.0	контрольная сумма	095F4H
Версия микропрограммы	1.02 от <дата>	контрольная сумма прибора	0AB4AH

Кроме того, номер версии и контрольная сумма встроенного ПО анализатора отображается на дисплее анализатора при его включении.

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в Описании типа анализатора (приложение к Свидетельству об утверждении типа).

6.3.3 Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номера версий не ниже указанных в Описании типа.

### 6.4 Определение метрологических характеристик

#### 6.4.1 Определение основной погрешности

Определение основной погрешности анализатора проводят по схемам, приведенным в Приложении Б (в зависимости от способа подачи ГС на анализатор). Подачу ГС (таблица А.1 Приложения А) проводят в следующей последовательности:

а) при первичной поверке

- №№ 1-2-3-2-1-3;

- б) при периодической поверке  
- №№ 1-2-3;

в следующем порядке:

- 1) собрать газовую схему, представленную на рисунках Б1 или Б2 Приложения Б (в зависимости от источника ГС);
- 2) подать на анализатор ГС № 1;
- 3) по дисплею анализатора зафиксировать установившиеся значения показаний;
- 4) повторить операции по пп. 2) – 3) для всех ГС (Приложение А таблица А.1).

Примечание: при использовании в качестве источника ГС генератора кислорода ГК-500 до установления показаний необходимо выждать не менее 15 мин.

Значение основной абсолютной погрешности анализатора в  $i$ -ой точке поверки  $\Delta_i$ , объемная доля кислорода, % или  $\text{млн}^{-1}$ , находят по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_i^0 \quad (1)$$

где  $C_i^0$  - действительное значение объемной доли кислорода, указанное в паспорте  $i$ -й ГС, % или  $\text{млн}^{-1}$ .

Результат считают положительным, если основная погрешность анализатора во всех точках поверки не превышает значений, указанных в таблице В.1 Приложения В.

#### 6.4.2 Определение вариации показаний

Определение вариации показаний анализатора допускается проводить одновременно с определением основной погрешности по п. 6.4.1 при подаче ГС №2

Значение вариации показаний анализатора  $\nu_\Delta$ , в долях от пределов допускаемой основной абсолютной погрешности, находят по формуле

$$\nu_\Delta = \frac{C_2^B - C_2^M}{\Delta_0} \quad (2)$$

где  $C_2^B, C_2^M$  - результат измерения объемной доли кислорода при подаче ГС №2, при подходе к точке поверки со стороны больших и меньших значений, объемная доля, % или  $\text{млн}^{-1}$ ;

$\Delta_0$  - пределы допускаемой основной абсолютной погрешности анализатора, объемная доля, % или  $\text{млн}^{-1}$ .

Результат считают положительным, если вариация не превышает 0,5 в долях от пределов допускаемой основной погрешности.

#### 6.4.3 Определение времени установления показаний

Определение времени установления показаний проводить в следующем порядке:

- 1) собрать газовую схему, представленную на рисунке Б.4 Приложения Б;
- 2) подать на анализатор ГС № 3 переключив соответствующим образом трехходовой кран 4, зафиксировать установившиеся показания;
- 3) вычислить значение, равное 0,9 установившихся показаний;
- 4) подать на анализатор ГС № 1 (для диапазона измерений от 0 до 500  $\text{млн}^{-1}$  в качестве ГС № 1 допускается использовать азот газообразный особой чистоты сорт 1) переключив соответствующим образом трехходовой кран.
- 5) дождаться установления показаний анализатора;
- 6) подать на анализатор ГС № 3 переключив соответствующим образом трехходовой кран;
- 7) зафиксировать время достижения показаниями значения, рассчитанного в п. 3.

Результат считают положительным, если время установления показаний не превышает, с, для диапазона измерений объемной доли кислорода:

- от 0 до 500 $\text{млн}^{-1}$	120
- от 0 до 2000 $\text{млн}^{-1}$	60
- от 0 до 10000 $\text{млн}^{-1}$	60

## **7 Оформление результатов поверки**

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки (форма протокола поверки приведена в Приложении Г).

7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в технической документации (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке (при периодической поверке) согласно ПР 50.2.006-94. На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают:

- перечень эталонов, с помощью которых произведена поверка анализатора;
- перечень влияющих факторов с указанием их значений;
- метрологические характеристики анализатора;
- указание на наличие Приложения — протокола поверки (при его наличии);
- дату поверки;
- наименование подразделения, выполнявшего поверку.

Свидетельство о поверке должно быть подписано:

На лицевой стороне:

- руководителем подразделения, производившего поверку,
- поверителем, производившим поверку;

На оборотной стороне:

- руководителем подразделения, производившего поверку (не обязательно),
- поверителем, производившим поверку.

7.3 При отрицательных результатах поверки анализаторы не допускают к применению. В технической документации анализатора делают отметку о непригодности, выдают извещение установленной формы согласно ПР 50.2.006-94 и аннулируют свидетельство о поверке.

Приложение А  
(обязательное)

Перечень газовых смесей, используемых при поверке

Таблица А.1 – Перечень газовых смесей, используемых при поверке анализаторов содержания кислорода переносных КС 50.430-000

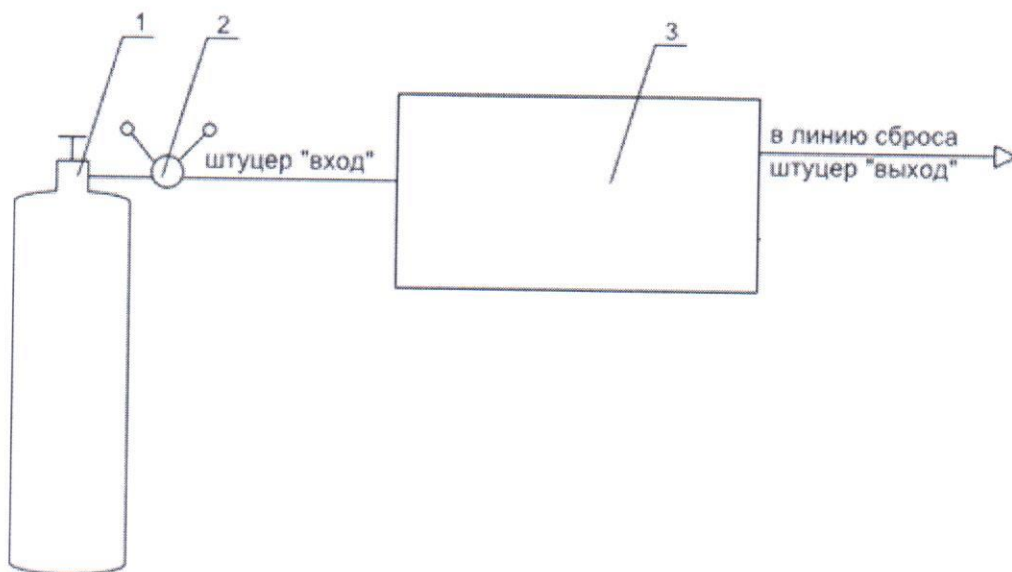
Диапазон измерений объемной доли кислорода	Номер ГС	Номинальное значение объемной доли кислорода в ГС и пределы допускаемого отклонения	Погрешность аттестации	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ
От 0 млн <sup>-1</sup> до 500 млн <sup>-1</sup>	1	(0,5± 0,4) млн <sup>-1</sup>	± 8 % отн.	ГК-500
	2	(250 ± 10) млн <sup>-1</sup>	± 2 % отн.	ГК-500
	3	(490 ± 10) млн <sup>-1</sup>	± 2 % отн.	ГК-500
От 0 млн <sup>-1</sup> до 2000 млн <sup>-1</sup>	1	0,0025 % об.д. ± 20 % отн.	± (-15,15X+4,015) % отн.	ГСО 10253-2013
	2	0,1 % об.д. ± 20 % отн.	± (-15,15X+4,015) % отн.	ГСО 10253-2013
	3	0,182 % об.д. ± 10 % отн.	± (-2,5X+2,75) % отн.	ГСО 10253-2013
От 0 млн <sup>-1</sup> до 10000 млн <sup>-1</sup>	1	Азот	-	О.ч., сорт 1 по ГОСТ 9293-74
	2	0,5 % об.д. ± 10 % отн.	± (-2,5X+2,75) % отн.	ГСО 10253-2013
	3	0,952 % об.д. ± 5 % отн.	± (-0,046X+1,523) % отн.	ГСО 10253-2013
От 0 % до 100 %	1	Азот	-	О.ч., сорт 1 по ГОСТ 9293-74
	2	50 % об.д. ± 5 % отн.	± (-0,008X+0,76) % отн.	ГСО 10253-2013
	3	97 % об.д. ± 1,5 % отн.	± (-0,0037X+0,459) % отн.	ГСО 10253-2013

Примечания:

1) изготовители и поставщики ГС - предприятия-производители стандартных образцов состава газовых смесей, прослеживаемых к государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011;

2) ГК-500 - рабочий эталон 1-го разряда - генератор ГК-500 ИБЯЛ.418319.033 ТУ.

Приложение Б  
(обязательное)  
Схемы подачи ГС на анализатор

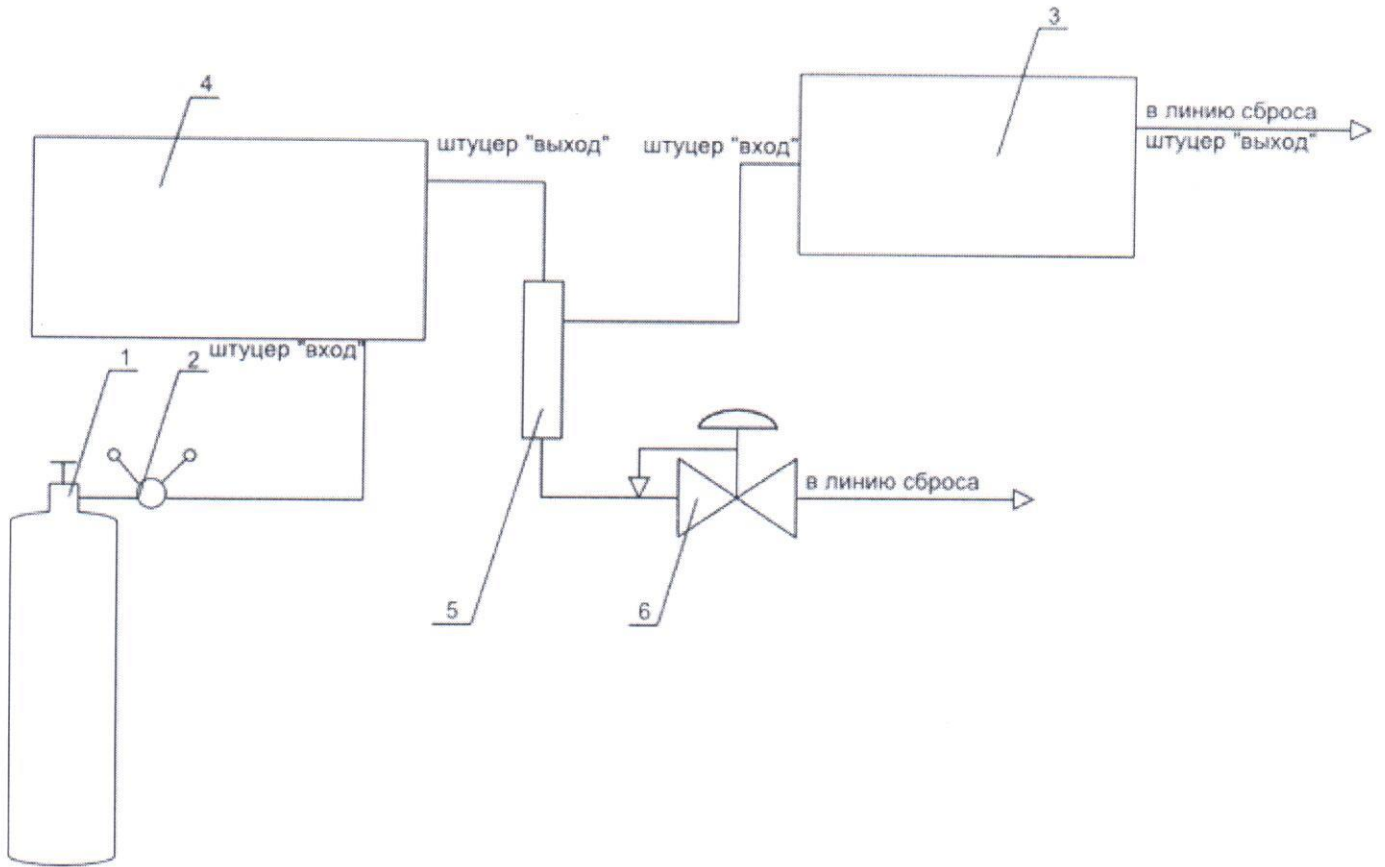


- 1 – баллон с ГС;
- 2 – редуктор
- 3 – анализатор.

При поверке анализаторов с диапазонами измерений объемной доли кислорода от 0 до 10000 млн<sup>-1</sup> и менее подачу ГС осуществлять при помощи трубки из нержавеющей стали и редуктора СУЛ-1, при поверке анализаторов с диапазоном показаний объемной доли кислорода от 0 до 100 % подачу ГС осуществлять при помощи трубки ПВХ и редуктора БКО-50-4

Рисунок Б.1 - Схема подачи ГС на анализатор из баллонов под давлением





1 – баллон с ГС состава водород – азот (ГСО 3913-87);  
 2 – редуктор БКО ;  
 3 – анализатор;

4 – генератор ГК-500;  
 5 – сепаратор-каплеотбойник;  
 6 – регулятор давления «до себя» (настроен на давление открытия 0,05 – 0,1 МПа).

Примечание – все соединения выполнить при помощи трубки из нержавеющей стали.

Рисунок Б.2 - Схема подачи ГС на анализатор при помощи генератора ГК-500

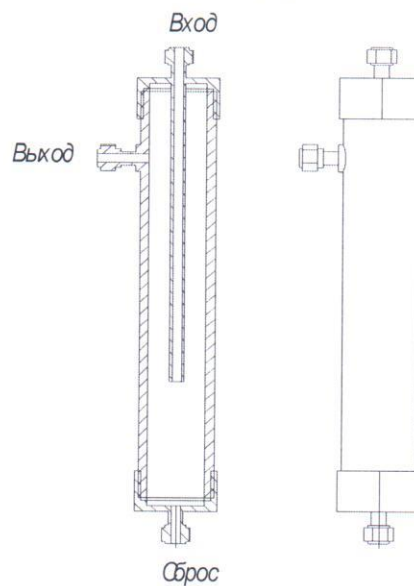
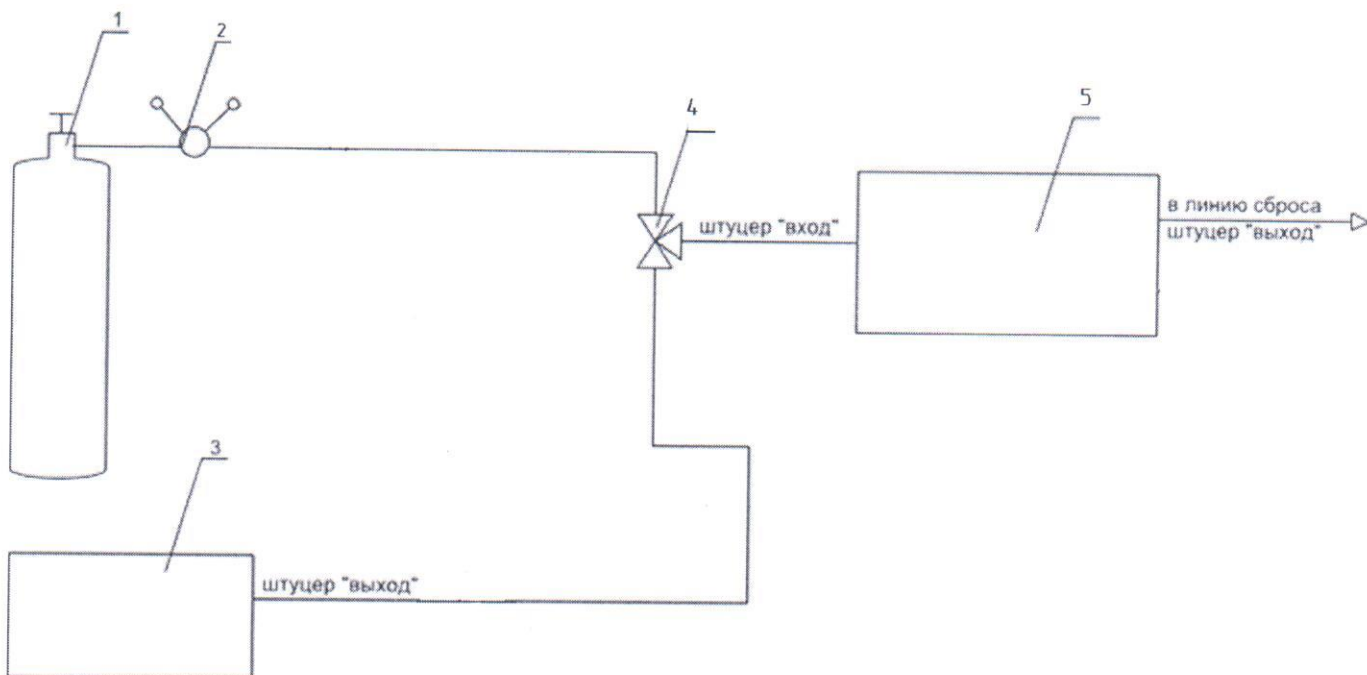


Рисунок Б.3 - Сепаратор-каплеотбойник (корпус и все уплотнения металлические, внутренний объем 20-30 мл).



1 – источник ГС № 1 (показан схематично);

4 – трехходовой кран;

2 – регулятор давления CYL-1\*

5 – анализатор.

3 – источник ГС № 3 (показан схематично);

\*при поверке анализаторов с диапазоном от 0 до 100 % можно использовать редуктор БКО-50-4

Рисунок Б.4 – Схема подачи ГС на анализатор при определении времени установления показаний

Приложение В  
(обязательное)

Метрологические характеристики анализатора

Таблица В.1 - Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности анализаторов содержания кислорода переносных КС 50.430-000

Диапазон измерений объемной доли кислорода	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности	Предел допускаемого времени установления показаний $T_{0,9}$ , с
От 0 млн <sup>-1</sup> до 500 млн <sup>-1</sup>	$\pm (1,5 + 0,05 \cdot C_{вх})$ млн <sup>-1</sup>	120
От 0 млн <sup>-1</sup> до 2000 млн <sup>-1</sup>	$\pm (5 + 0,08 \cdot C_{вх})$ млн <sup>-1</sup>	60
От 0 млн <sup>-1</sup> до 10000 млн <sup>-1</sup>	$\pm (100 + 0,06 \cdot C_{вх})$ млн <sup>-1</sup>	60
От 0 % до 100 %	$\pm (0,5 + 0,03 \cdot C_{вх})$ %	60
<p>Примечания</p> <p>1) - * - диапазон измерений определяется при заказе анализатора, устанавливается производителем и не может быть изменен пользователем в процессе эксплуатации.</p> <p>2) <math>C_{вх}</math> – объемная доля определяемого компонента на входе анализатора, млн<sup>-1</sup> или %.</p>		

Приложение Г  
(обязательное)  
Форма протокола поверки  
**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

Наименование СИ \_\_\_\_\_

Зав. № \_\_\_\_\_

Принадлежит \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:  
температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

относительная влажность окружающего воздуха \_\_\_\_\_ %;

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа.

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

1 Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

2 Результаты опробования \_\_\_\_\_

3 Результаты определения метрологических характеристик:

Состав ГС	Номинальное значение содержания определяемого компонента	Показания СИ			Погрешность	Пределы допускаемой основной погрешности
		Дисплей	Цифровой выход	Токовый выход		

Вариация показаний \_\_\_\_\_

Время установления показаний, с \_\_\_\_\_

4 Заключение о годности \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_