

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

« 20 03 » 2015 г.



ГЕНЕРАТОРЫ НУЛЕВОГО ВОЗДУХА ГНГ-01

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1848-2015

н.р. 26765-15

Руководитель отдела ГЦИ СИ

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

A blue ink signature of L.A. Konopelko is written over a horizontal line.

Инженер

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

А.А. Нечаев

A blue ink signature of A.A. Nечаev is written over a horizontal line.

Санкт-Петербург
2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы нулевого воздуха ГНГ-01 рабочие эталоны 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578-2008 (далее – генераторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

В соответствии с данной методикой поверки осуществляется передача единицы объемной (молярной) доли или массовой концентрации от Государственного первичного эталона (ГПЭ) ГЭТ 154-2011 к генераторам нулевого воздуха ГНГ-01.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2		
2.1 Проверка герметичности	6.2.1	да	да
2.2 Проверка давления на выходе генератора	6.2.2	да	да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4. Определение метрологических характеристик	6.4		
4.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генератора	6.4.1	да	да
4.2 Определение абсолютной погрешности поддержания давления в течение 8 ч непрерывной работы	6.4.2	да	да
4.3 Определение значения температуры точки росы на выходе генератора	6.4.3	да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6.2.1 6.2.2 6.3.2	Расходомер-счетчик газа РГТ модели РГТ-6 по ШДЕК.421322.002 ТУ, диапазон измерений объемного расхода газа (5 - 50) дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерения объемного расхода газа: $\pm 1\%$ (№ 51713-12 в Госреестре РФ)
	Манометр эталонный МО, кл. 0,4, верхний предел измерений 0,6 МПа по ТУ 25-05-1664-74.

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм. Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм Тройник со штуцерами на трубки 4×1,5 и 6×1,5 мм.
6.3.1	Комплексы, входящие в состав, ГПЭ ГЭТ 154-2011 единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах: Хроматографический комплекс для аттестации чистых газов - Хд. 1.456.438, диапазон измерений молярной доли СО и СН₄ как фоновой примеси в чистом газе ($1 \cdot 10^{-7}$ - 2) %; относительная стандартная неопределенность типа А (4,5 - 0,2) %; относительная стандартная неопределенность типа В (6,0 - 0,2) %. Комплекс для измерения молярной доли и массовой концентрации NO, NO₂, NH₃, SO₂, H₂S и др. в газовых смесях на основе химически активных газов - Хд 1.456.446: диапазон измерений молярной доли для NO, NO₂, NH₃, SO₂, H₂S как фоновых примесей в чистом газе ($2 \cdot 10^{-8}$ - $5 \cdot 10^{-6}$) %; относительная стандартная неопределенность типа А 2,3 % (при n=10); относительная стандартная неопределенность типа В 2,3 %. Комбинированная установка на озон - Хд 1.456.448 (Генератор озона, фотометрический измеритель озона): диапазон измерений молярной доли, % ($3 \cdot 10^{-7}$ - $1 \cdot 10^{-3}$) %; относительная стандартная неопределенность типа А ($5 - 2 \cdot 10^{-3}$) % (при n=10); относительная стандартная неопределенность типа В 1,1 %. Поверочный нулевой газ (ПНГ) – гелий газообразный высокой чистоты, марка 7.0 по ТУ 0271-001-45905715-02. Генератор газовых смесей ГГС-03-03 по ШДЕК.418313.001 ТУ (№ 46598-11 в Госреестре РФ) в комплекте со стандартными образцами состава: газовые смеси NH₃/N₂, NO₂/N₂, NO/N₂, H₂S/N₂, SO₂/N₂, CO/He, CH₄/ He в баллонах под давлением по ТУ 6-16-2956-92. Рабочий эталон 1-го разряда - калибратор газовых смесей модели 146i (№ 46818 - 11 в Госреестре СИ РФ) для получения ПГС на основе озона; диапазон измерений от (0,05 – 5,0) млн⁻¹, пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения объемной доли озона в ПГС ± 5 %.
6.3.2	Часы 60ЧП по ТУ 25-07-1042-83
6.3.3	Измеритель влажности газов ИВГ-1 (№ 15501-12 в Госреестре РФ), диапазон измерений температуры точки росы от -80 до 0 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 2 °С.
6	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп» по ТУ 43 1110 – 002 -18446736 – 05, диапазон измерений относительной влажности от 3 до 98 %, относительная погрешность ± 3 %, диапазон измерений температуры от минус 10 °С до плюс 50 оС, абсолютная погрешность ± 0,2 °С, диапазон измерений давления в воздухе от 80 до 110 кПа.

2.2 Допускается применение других средств поверки, не указанных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик генераторов с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны сравнения и стандартные образцы состава: ГС в баллонах под давлением - действующие паспорта, все эталонные комплексы - действующие свидетельства по результатам исследований.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

3.2 При монтаже и работе с приборами должны соблюдаться требования «Правил технической эксплуатации электроустановок» и «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные органами Госэнергонадзора.

3.3 При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться требования «Правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором.

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

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха, °С: от 15 до 25;
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха, %: от 30 до 80;
- диапазон атмосферного давления, кПа: от 84 до 106,7;
- изменение атмосферного давления за время проведения поверки не должно превышать 3 кПа;
- изменение температуры окружающего воздуха за время проведения поверки не должно превышать 2 °С.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготавливают поверяемый генератор к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации (далее – РЭ).

5.2 Выдерживают стандартные образцы состава и эталоны сравнения - ГС в баллонах под давлением в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, средства поверки – в течение 2 ч.

5.3 Проверяют наличие паспортов и сроки годности стандартных образцов состава и эталона сравнения - ГС в баллонах под давлением, срок действия свидетельств о поверке на средства поверки.

5.4 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5.5 Подготовить к работе эталонные комплексы, входящие в состав ГПЭ ГЭТ 154-2011, в соответствии с Хд 1.456.438 РЭ, Хд 1.456.446 РЭ, Хд 1.456.448 РЭ перед выполнением работ по передаче единицы.

При подготовке к работе эталонных комплексов проводят следующие операции:

1) Включение, прогрев и проведение предварительных тестовых настроек генератора газовых смесей ГГС-03-03 и газоанализаторов-компараторов, входящих в состав эталонных комплексов, а также подготовка и подключение баллона с эталоном сравнения - газовая смесь по ГОСТ 8.578-2008 (синтетический воздух): O₂/N₂ (Хд. 2.706.136-ЭТ41).

2) Вывод на режим генератора газовых смесей ГГС-03-03 по расходу.

3) Определение погрешности установления расхода газа-разбавителя и исходного газа в генераторе газовых смесей ГГС-03-03.

4) Определение случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение - СКО) газоанализаторов-компараторов.

5.6 Пересчет массовой концентрации C , мг/м³, в объемную (молярную) долю X , млн¹, проводят по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_m}{M} \quad (1)$$

где V_m – молярный объем газа-разбавителя - азота или воздуха, равный 24,04 или 24,06, соответственно, при стандартных условиях (20 °С и 101,3 кПа), $\text{дм}^3/\text{моль}$;
 M – молярная масса целевого компонента, $\text{г}/\text{моль}$.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого генератора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- маркировка и комплектность, соответствующая указаниям РЭ;
- четкость надписей на панелях.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если генератор соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка герметичности газовой системы генератора

Проверка герметичности газовой системы генератора проводится следующим образом:

- включить и прогреть генератор согласно РЭ на него;
- к входному штуцеру блока очистки генератора подсоединить через тройник образцовый манометр и баллон со сжатым воздухом с вентилем точной регулировки;
- выходной штуцер заглушить заглушкой;
- плавно открыть вентиль на баллоне со сжатым воздухом, с помощью вентиля точно регулировки создать в системе избыточное давление (200 ± 20) кПа;
- контролировать падение давления по манометру в течение 10 мин.

Генератор считается выдержавшим испытание, если падение давления в течение 10 мин не превышает значения 20 кПа.

6.2.2 Проверка давления воздуха на выходе генератора

Проверку давления воздуха на выходе генератора проводят с помощью расходомера РГТ и манометра образцового МО в следующей последовательности:

- 1) к выходному штуцеру генератора через тройник подсоединяют образцовый манометр, вентиль точной регулировки (в открытом режиме) и расходомер;
- 2) с помощью вентиля тонкой регулировки, контролируя по расходомеру, устанавливают расход воздуха $20 \text{ дм}^3/\text{мин}$;
- 3) с помощью образцового манометра проверяют соответствие давления воздуха диапазону (210 ± 25) кПа.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Проверяется подтверждение соответствия встроенного ПО

Подтверждение соответствия встроенного программного обеспечения проводится визуально. На верхней и нижней крышке генератора должны стоять пломбы. Органы управления терморегулятора на передней панели генератора должны быть закрыты пломбой. Наличие пломб обеспечивает целостность встроенного ПО от внешнего доступа.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генератора.

6.4.1.1 На вход газоанализаторов-компараторов, входящих в состав комплексов ГЭТ 154-2011, поверочный нулевой газ (ПНГ) – гелий газообразный высокой чистоты и проводят отсчет показаний по цифровому индикатору ($X_э$ в млн⁻¹).

6.4.1.2 На вход генератора последовательно подают газовые смеси: CH₄ в воздухе с объемной долей 600 млн⁻¹, CO в воздухе с объемной долей 17 млн⁻¹, SO₂ в азоте с объемной долей 4 млн⁻¹, H₂S в азоте с объемной долей 7 млн⁻¹, NO в азоте с объемной долей 4 млн⁻¹, NO₂ в азоте с объемной долей 1 млн⁻¹, NH₃ в азоте с объемной долей 30 млн⁻¹, O₃ в воздухе с объемной долей 0,05 млн⁻¹.

6.4.1.3 Нулевой воздух с выхода генератора подают на вход газоанализаторов-компараторов и проводят отсчет показаний по цифровому индикатору приборов ($X_э$ в млн⁻¹).

Результаты поверки считаются положительными, если для каждой определяемой примеси выполняется следующее условие:

$$(X_{изм} + \frac{\Delta_0 \cdot X_{изм}}{100}) < X \quad (2)$$

где X – нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе, приведенное в таблице 1 Приложения А, млн⁻¹.

Δ_0 – относительная погрешность комплексов эталонной аппаратуры, входящих в состав ГЭТ 154-2011, на которых измерялась массовая концентрация определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, %.

$X_{изм}$ – значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, млн⁻¹, рассчитанное по формуле:

$$X_{изм} = X_э - X_э \quad (3)$$

6.4.2 Определение абсолютной погрешности поддержания давления в течение 8 ч непрерывной работы генератора.

6.4.2.1 К выходному штуцеру генератора через тройник подсоединяют образцовый манометр и устанавливают давление, равное (200 ± 25) кПа.

6.4.2.2 Показания по образцовому манометру измеряют в течение 8 ч через каждые 2 ч.

6.4.2.3 Абсолютную погрешность поддержания давления рассчитывают по формуле:

$$\Delta P = P_{max} - P_{min} \quad (4)$$

Результаты поверки считаются положительными, если полученное значение ΔP не превышает ± 25 кПа.

6.4.3 Определение значения температуры точки росы на выходе генератора

Определение значения температуры точки росы на выходе генератора определяется следующим образом:

- включить и прогреть генератор согласно РЭ на него;
- к выходу генератора подключить измеритель влажности ИВГ-1 и подать нулевой воздух с генератора;
- после установления стабильных показаний измерителя влажности записать 3 – 5 результатов измерений по шкале измерений температуры точки росы.

Результаты поверки считаются положительными, если среднее арифметическое результатов измерения температуры точки росы соответствует (минус 20 ± 5) °С

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении Б.

7.2. Генератор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него выдается свидетельство о поверке установленной формы (при первичной или периодической поверке).

7.3. Генератор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Метрологические характеристики генераторов нулевого воздуха ГНГ-01.
 1 Метрологические характеристики генераторов приведены в таблице 1.
 Таблица 1.

Определяемая примесь в нулевом воздухе на выходе генератора	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе, X ¹⁾ , млн ⁻¹
Диоксид серы (SO ₂)	не более 0,0005
Сероводород (H ₂ S)	не более 0,0005
Оксид азота (NO)	не более 0,0005
Диоксид азота (NO ₂)	не более 0,0005
Озон (O ₃)	не более 0,0005
Аммиак (NH ₃)	не более 0,005
Оксид углерода (CO)	не более 0,025
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	не более 0,02
Примечания: 1) $X = X_{изм} + \frac{\Delta_0 \cdot X_{изм}}{100}$, где $X_{изм}$ - наибольшее допускаемое значение объемной доли примеси в нулевом воздухе на выходе генератора при его исследованиях, млн ⁻¹ ; Δ_0 - границы относительной погрешности измерений объемной доли примеси в нулевом воздухе на выходе генератора (при Р = 0,99) при его исследованиях на комплексах эталонной аппаратуры, входящих в состав ГЭТ 154-2011, %. 2) Объемная доля загрязняющих веществ в воздухе на входе генератора не должна превышать норм согласно ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Форма протокола поверки
генераторов нулевого воздуха ГНГ-01

Заводской номер _____

Принадлежит _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____

атмосферное давление _____

относительная влажность воздуха _____

Средства поверки _____

Поверено в соответствии с документом «Генераторы нулевого воздуха ГНГ-01.

Методика поверки. МП-242-1848-2015»

Результаты поверки

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования

2.2 Результаты проверки давления на выходе генератора _____

3 Определение метрологических характеристик

3.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генератора.

№ п/п	Определяемая примесь	Объемная доля определяемой примеси на входе генератора, млн ⁻¹	Показания газоанализа- тора - компаратора при подаче воздуха с выхода генератора, X_2 , млн ⁻¹	Показания газоанализа- тора – компа- ратора при подаче воздуха – эталона сравнения, X_3 , млн ⁻¹	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воз- духе на выходе генератора, $X_{изм}$, млн ⁻¹	Нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, не более, X , млн ⁻¹
1	Оксид азота (NO)	4				0,0005
2	Диоксид азота (NO ₂)	1				0,0005
3	Аммиак (NH ₃)	30				0,005
4	Диоксид серы (SO ₂)	4				0,0005
5	Сероводород (H ₂ S)	7				0,0005
6	Оксид углерода (CO)	17				0,025
7	Озон (O ₃)	0,05				0,0005
8	Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	600				0,020

3.2 Определение абсолютной погрешности поддержания давления на выходе генератора за 8 часов непрерывной работы _____.

3.3 Определение значения температуры точки росы на выходе генератора _____.

Заключение _____.

Поверитель _____.