

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

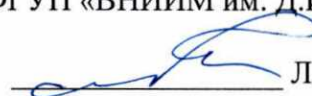
Н.И. Ханов

«11» мая 2012 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Генераторы микроконцентраций кислорода ГК-500
Методика поверки
МП 242-1352-2012

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

 Л.А. Конопелько

«____» _____

 Разработал
Инженер
А.Л. Матвеев

Санкт-Петербург
2012 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы микроконцентраций кислорода ГК-500 (далее - генераторы), изготавливаемые ФГУП СПО «Аналитприбор», и устанавливает методику их первичной поверки при выпуске из производства, 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 погрешности создания концентрации	6.4.1	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

Номер 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.
6	Психрометр аспирационный М-34-М, ГРПИ 405132.001 -92 ТУ, диапазон измерения относительной влажности от 10 до 100 %
6	Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °С, цена деления 0,1 °С
6	Секундомер механический СОПр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2
6.4	ГС состава водород-азот с номинальным значением объемной доли водорода 1,9 % (ГС 3913-87)
6.4	Ниппель ИБЯЛ.302634.021 (из комплекта ЗИП)
6.4	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм
6.4	Ротаметр РМ-А-0,063 Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4
6.4	Газоанализатор - компаратор, диапазон показаний объемной доли кислорода (от 0 до 10) млн ⁻¹ , (от 0 до 500) млн ⁻¹ , среднее квадратическое отклонение 0,5 %
6.4	Эталонные сравнения: газовые смеси кислород – гелий по Хд2.706.136 ЭТ169, гелий по Хд2.706.137 ЭТ6, аттестованные на эталонном комплексе для аттестации чистых газов и веществ, входящем в ГЭТ-154-01

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
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 ИБЯЛ.418319.033РЭ и прошедшие необходимый инструктаж..

3.6 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

3.7 Генератор должен быть заземлен

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если они не оговорены особо

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- относительная влажность окружающего воздуха, %	65 ± 15
- атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4,0
мм рт. ст.	760 ± 30

Примечание - при проведении поверки значение температуры окружающей среды не должно изменяться более чем на ± 2 °С, а значение атмосферного давления более чем на ± 1,3 кПа (± 10 мм рт. ст.).

- напряжение питания переменного тока частотой (50±1) Гц, В	230 ⁺²³ ₋₄₃
- механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля должны быть исключены;	
- давление газа-носителя на входе генератора, МПа	0,15±0,05
- расход создаваемой газовой смеси на выходе, дм ³ ·мин ⁻¹	0,5±0,1

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 генератор и газоанализатор - компаратор при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

5.5 Подготовить генератор к работе в соответствии с руководством по эксплуатации ИБЯЛ.418319.033РЭ.

5.6 Подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре генераторов должно быть установлено:

- отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на метрологические характеристики генератора;
- наличие пломб;
- наличие маркировки генератора, согласно разделу 1 руководства по эксплуатации ИБЯЛ.418319.033 РЭ;
- комплектность генератора, согласно разделу 1 руководства по эксплуатации ИБЯЛ.418319.033 РЭ (при первичной поверке при выпуске из производства);
- исправность органов управления, настройки и коррекции;
- наличие всех видов крепежа.

6.1.2 Генератор считается удовлетворительно прошедшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проводится проверка функционирования генератора согласно разделу 2 руководства по эксплуатации ИБЯЛ.418319.033 РЭ.

6.2.2 Результаты опробования считают положительными если:

- органы управления генератора функционируют;
- отсутствует сигнализация об отказах.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1 Программное обеспечение генератора идентифицируется при включении генератора путем вывода на дисплей номера версии и цифрового идентификатора ПО (контрольной суммы).

6.3.2 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными если номер версии и контрольная сумма соответствует указанным в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение погрешности генератора

Определение погрешности генератора проводится по схеме, приведенной на рисунке Б.1 Приложения Б в следующем порядке:

- 1) собрать схему, представленную на Б.1 Приложения Б
- 2) на генераторе ГК-500 выбрать диапазон воспроизводимых значений объемной доли кислорода от 0,1 до 10 млн⁻¹,
- 3) установить значение объемной доли кислорода в смеси, подаваемой с выхода генератора на газоанализатор - компаратор в соответствии с данными аттестации газовой смеси - эталона сравнения № 1 (таблица А.1 Приложения А).
- 4) через 30 мин после ввода значения объемной доли кислорода на генераторе зафиксировать показания цифрового индикатора газоанализатора – компаратора.
- 5) подать на вход газоанализатора – компаратора газовую смесь – эталон сравнения № 1 (таблица А.1 Приложения А).
- 6) через 30 мин после ввода значения объемной доли кислорода на генераторе зафиксировать показания цифрового индикатора газоанализатора – компаратора
- 7) повторить операции по пп. 3) – 6) для точек поверки 2 и 3 (таблица А.1 Приложения А).
- 8) на генераторе ГК-500 выбрать диапазон воспроизводимых значений объемной доли кислорода свыше 10 до 500 млн⁻¹, повторить операции по пп. 3) – 7).

Значение относительной погрешности генератора (δ_i), %, в i -ой точке поверки находят по формуле

$$\delta_0 = \frac{C_{ia} - C_{ic}}{C_{ic}} \cdot 100\% \quad (1)$$

где C_{ia} - выходной сигнал газоанализатора - компаратора при подаче i -ой смеси от генератора ГК-500, млн⁻¹;

C_{ic} - выходной сигнал газоанализатора - компаратора при подаче i -ой газовой смеси от баллонов с газовой смесью, млн^{-1} .

Результат считают положительным, если погрешность генератора в каждой точке поверки не превышает значений, указанных в таблице В.1 Приложения В.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

7.2 Генераторы, 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 генератора;
- перечень влияющих факторов с указанием их значений;
- метрологические характеристики генератора
- 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 генераторы не допускают к применению. В технической документации генератора делают отметку о непригодности, выдают извещение установленной формы согласно ПР 50.2.006-94 и аннулируют свидетельство о поверке.

Приложение А
(обязательное)

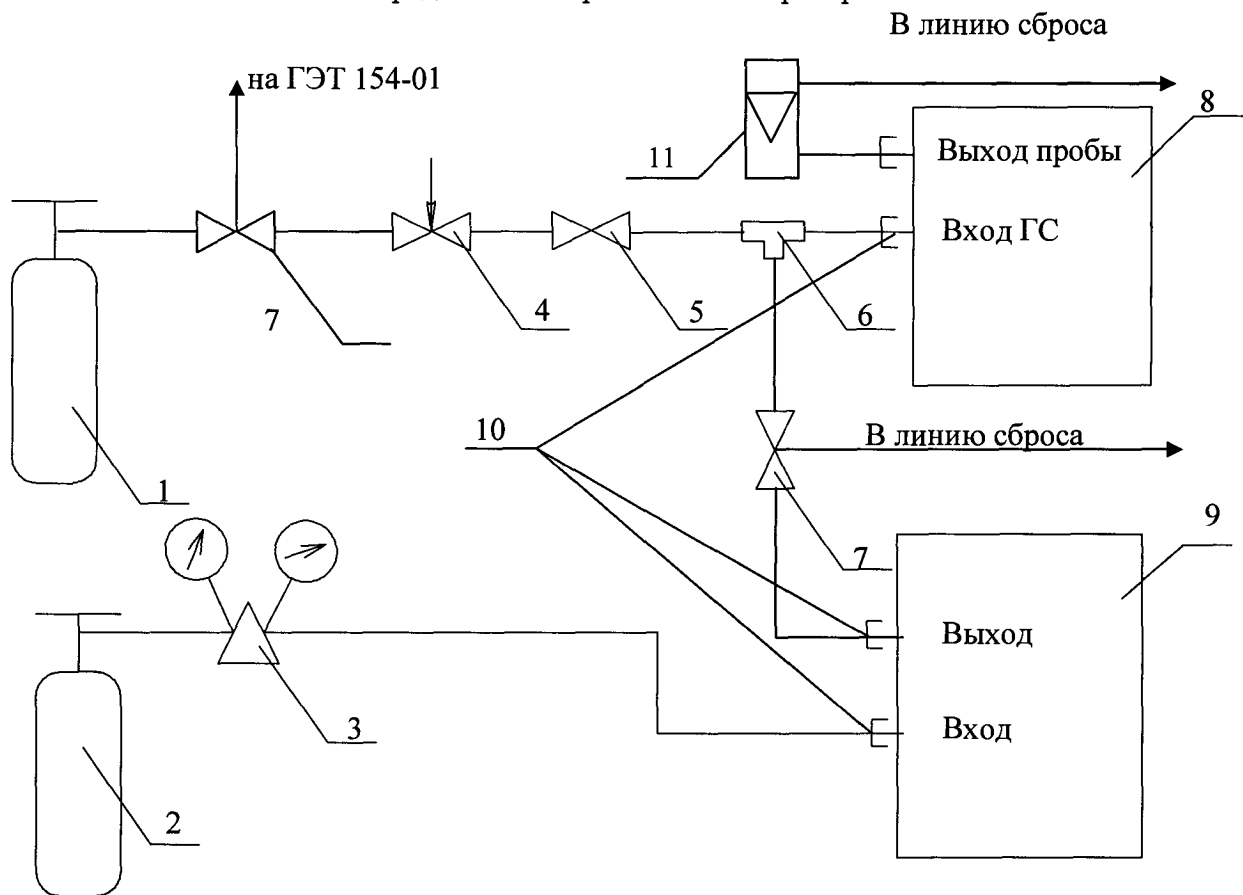
Перечень газовых смесей, используемых при поверке

Таблица А.1 – Технические характеристики газовых смесей, используемых при поверке генераторов

Диапазон воспроизводимых значений объемной доли кислорода, млн ⁻¹	№ газовой смеси	Состав газовой смеси	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента и пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹	Границы относительной погрешности измерения объемной доли определяемого компонента, %	Нормативная документация
От 0,1 до 10	1	He	от 0,1 до 0,4	± 5	Хд2.706.137 ЭТ6
	2	O ₂ - He	0,7 ± 0,1	± 5	Хд2.706.136 ЭТ169
	3	O ₂ - He	9 ± 1	± 2	Хд2.706.136 ЭТ169
Свыше 10 до 500	1	O ₂ - He	40 ± 4	± 1	Хд2.706.136 ЭТ169
	2	O ₂ - He	250 ± 25	± 1	Хд2.706.136 ЭТ169
	3	O ₂ - He	450 ± 50	± 1	Хд2.706.136 ЭТ169

Примечание: измерение объемной доли кислорода в чистом газе - гелии и эталонах сравнения - газовых смесях кислород – гелий проводится на эталонном комплексе для аттестации чистых газов и веществ, входящем в ГЭТ-154-01, в соответствии с методиками выполнения измерений молярной доли примесей в чистых газах на газохроматографических измерительных установках на базе хроматографов "ТВТ" (Хд2.950.169 МИ) и "Varian" (Хд2.950.168 МИ) непосредственно перед проведением поверки генератора ГК-500. Результат измерения используется в п. 6.4.

Приложение Б
(обязательное)
Схема для определения погрешности генератора



1 – баллон с газовой смесью или чистым газом - гелием;

2 – баллон с ГС водород в азоте;

3 – редуктор баллонный;

4 – вентиль точной регулировки;

Газовые соединения выполнить трубкой из нержавеющей стали $d=3$ мм.

5 – запорный вентиль;

6 – тройник;

7 – 3-х ходовой кран;

8 – газоанализатор – компаратор;

9 – генератор ГК-500;

Рисунок Б.1 - Схема для определения погрешности генератора

Приложение В
(обязательное)

Метрологические характеристики генератора ГК-500

Диапазоны создаваемых генераторами концентраций, цена единицы младшего разряда задания концентрации, пределы допускаемых относительных погрешностей приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Обозначение исполнения генератора	Диапазоны создаваемых концентраций, объемная доля, млн ⁻¹	Цена единицы младшего разряда, объемная доля, млн ⁻¹	Пределы допускаемой относительной погрешности создания концентрации, %
ИБЯЛ.418319.033	от 0,1 до 0,5	0,001	± 10
	свыше 0,5 до 1,0	0,001	± 8
	свыше 1,0 до 10	0,001	± 4
	свыше 10 до 500	0,1	± 2
ИБЯЛ.418319.033-01	от 0,1 до 0,5	0,001	± 10
	свыше 0,5 до 1,0	0,001	± 8
	свыше 1,0 до 10	0,001	± 4
ИБЯЛ.418319.033-02	свыше 10 до 500	0,1	± 2

Примечания:

- 1) единица измерения объемной доли "млн⁻¹" на дисплее генератора обозначается "ppm";
- 2) пределы допускаемой относительной погрешности генератора нормированы при условии измерения температуры окружающей среды с погрешностью не более ± 0,2 °С и атмосферного давления с погрешностью не более ± 0,1 кПа.