

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И.Ханов

« 12 » 12 2014 г.



ГЕНЕРАТОРЫ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ДГГС

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1831-2014

Руководитель отдела ГЦИ СИ

ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Л.А. Конопелько

Инженер ГЦИ СИ

ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

А.А. Нечаев

Санкт-Петербург

2014 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генератор газовых смесей ДГГС (далее – генератор), предназначенный для воспроизведения значений объемной доли компонентов в бинарных газовых смесях, в воздухе и азоте, и устанавливает методы и средства его первичной поверки при выпуске из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции по поверке	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2		
2.1 Проверка общего функционирования	6.2.1	Да	Да
2.2 Проверка герметичности	6.2.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик:	6.4		
4.1 Определение относительной погрешности измерения расхода по каналам	6.4.1	Да	Да
4.2 Определение относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли целевого компонента в смеси на выходе генератора	6.4.2	Да	Да

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

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.2.1	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп» по ТУ 43 1110 – 002 - 18446736 – 05, диапазон измерений относительной влажности от 3 до 98 %, относительная погрешность $\pm 3 \%$, диапазон измерений температуры от минус 10 °C до плюс 50 °C, относительная погрешность $\pm 0,2 \%$, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 110 кПа

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.2.2	Азот газообразный особой чистоты сорт 1-й по ГОСТ 9293-74. Редуктор баллонный газовый одноступенчатый БКО-50-4 соответствует ГОСТ 13861. Манометр эталонный МО, кл. 0,4, верхний предел измерений 0,25 МПа. Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм Тройник со штуцерами на трубы 4×1,5 и 6×1,5 мм.
6.3	-
6.4.1	Азот газообразный особой чистоты сорт 1-й по ГОСТ 9293-74. Редуктор баллонный газовый одноступенчатый БКО-50-4 соответствует ГОСТ 13861. Манометр эталонный МО, кл. 0,4, верхний предел измерений 0,25 МПа. Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм Калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800, диапазон измерений от 2 см ³ /мин до 50 дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерений ± 0,2 %.
6.4.2	Эталонные комплексы аппаратуры для передачи размера единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах, входящие в состав Государственного первичного эталона ГЭТ 154-11 Эталоны сравнения – газовые смеси в баллонах под давлением

Примечание: Допускается использовать средства поверки других типов, метрологические характеристики которых не хуже указанных.

2.2 Средства поверки, приведенные в п. 2.1, должны иметь действующие свидетельства о поверки.

3 Требования безопасности

3.1 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться “Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением”, утвержденные Госгортехнадзором.

3.3 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности, приведенные в п.п. 2.1.2 руководства по эксплуатации на генератор ЮГРЦ 418313.001РЭ.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

температура воздуха в помещении $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$;

атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа;

относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1. Генератор должен быть подготовлен к работе в соответствии с руководством по эксплуатации ЮГРЦ 418313.001РЭ.

2. Калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800, должен быть подготовлен к работе в соответствии с НТД на него.

3. Баллоны с газами должны быть выдержаны при температуре помещения, где проводится поверка, $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$:

- баллон вместимостью 40 л – 16 ч;
- баллон меньшей вместимости – 8 ч;

4. Должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности генератора требованиям НТД;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность прибора;
- четкость всех надписей на лицевой панели прибора;
- исправность органов управления, настройки (кнопки, переключатели, тумблеры).

Генератор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования.

При проверке общего функционирования необходимо включить генератор. Генератор считается выдержавшим испытание, если после прогрева (см. п. 2.3.4 РЭ на генератор) показания на индикаторах не изменяются более, чем на 1 последнего разряда.

6.2.2 Проверка герметичности

Проверка герметичности газовой системы генератора проводится следующим образом:

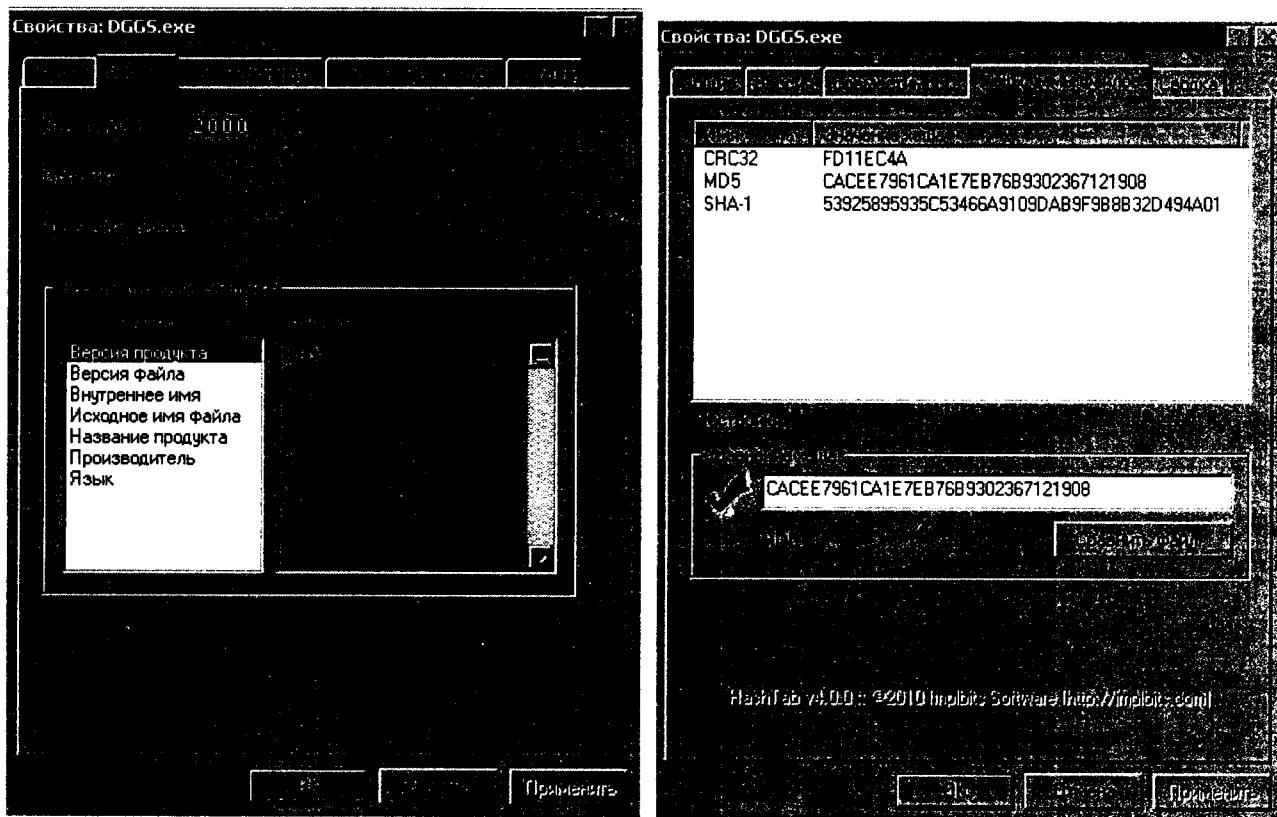
- включить генератор и прогреть в течение 60 мин;
- подсоединить редуктор к баллону с азотом (воздухом, гелием), а выход редуктора - к входу канала 3 генератора, остальные входы и выходы генератора закрыть заглушками;
- редуктором установить входное давление $(2,0 \pm 0,5) \text{ кгс/см}^2$;
- задать максимально возможные расходы по всем каналам и нажать кнопки “Пуск” 

Генератор считается выдержавшим проверку, если через 20 мин показания индикатора по каналу 3 не превышают $0,5 \text{ см}^3/\text{мин}$.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Подтверждение соответствия ПО состоит из определения номера версии (идентификационного номера) и контрольной суммы программного обеспечения.

Номер версии и контрольная сумма программы «ДГГС» проверяется по исполняемому файлу «DGGS.exe» и должны соответствовать указанному в приложении В руководства по эксплуатации на генератор ЮГРЦ 418313.001РЭ.



6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение относительной погрешности измерения расхода по каналам.

Измерения проводятся на азоте (воздухе) следующим образом:

- 1) подсоединить редуктор к баллону с азотом (воздухом);
- 2) подключить выход редуктора к входу исследуемого канала, остальные входы заглушить;
- 3) к выходу генератора подключить калибратор расхода газа Cal-Trak SL-800;
- 4) включить в сеть, подать электрическое питание в генератор;
- 5) прогреть генератор в течение 60 мин;
- 6) редуктором установить давление на входе генератора $(2,0 \pm 0,1)$ кгс/см²;
- 7) создать на генераторе поток газа со значениями расхода через исследуемый регулятор указанными в таблице 3 и подать на калибратор расхода газа Cal-Trak SL-800;

Таблица 3

Номер канала	Значения расходов газа задаваемых через исследуемый регулятор расхода газа генератора, см ³ /мин
1	500; 1000; 1500; 2000; 3000; 3500; 4000; 4500; 5000
2	50,0; 100,0; 150,0; 200,0; 250,0; 300,0; 350,0; 400,0; 450,0; 500,0
3	5,00; 10,00; 15,00; 20,00; 25,00; 30,00; 35,00; 40,00; 45,00; 50,00

Зафиксировать показания калибратора расходов газа Cal=Trak SL-800 (согласно РЭ на калибратор) и показания регуляторов расхода генератора, соответствующие этим расходам. Рассчитать среднее значение расходов. Число измерений в каждой точке – 10.

Примечание: Если задаваемый расход менее 15 см³/мин, допускается количество значений задаваемых расходов уменьшить. Повторить операцию при уменьшении расхода согласно таблице 4:

Таблица 4

Номер канала	Значения расходов газа задаваемых через исследуемый регулятор расхода газа генератора, см ³ /мин
1	5000; 4500; 4000; 3500; 3000; 2500; 2000; 1500; 1000; 500
2	500,0; 450,0; 400,0; 350,0; 300,0; 250,0; 200,0; 150,0; 100,0; 50,0
3	50,00; 45,00; 40,00; 35,00; 30,00; 25,00; 20,00; 15,00; 10,00; 5,00

Результаты измерений для каждого канала записать в таблицу по форме таблицы 5.

Таблица 5

Канал N _____; Диапазон расхода _____ – _____ см³/мин

Показания генератора, Q _Г , см ³ /мин	Показания калибратора расхода газа Cal=Trak SL-800, Q _с , см ³ /мин			Относительная погрешность $\frac{Q_{\Gamma} - Q_c}{Q_c} \cdot 100$, %		Выводы
	при увеличении	при уменьшении	Среднее	Полученное значение	Допускаемое значение	

Количество каналов измерения и регулирования расхода, диапазоны измерения и регулирования расхода по каналам, пределы допускаемой относительной погрешности генератора при измерении расхода должны соответствовать таблице 6.

Таблица 6

Номер канала	Диапазон измерения и регулирования расходов, см ³ /мин	Номинальная цена наименьшего разряда цифрового индикатора, см ³ /мин	Пределы допускаемой относительной погрешности генератора при измерении расхода, %	
			100 -30 % от верхнего предела диапазона измерения и регулирования расхода	30 -10 % от верхнего предела диапазона измерения и регулирования расхода
1	от 500 до 5000	1	± 1,0	±1,5
2	от 50,0 до 500,0	0,1	± 1,0	±1,5
3	от 5,00 до 50,00	0,01	± 1,0	±1,5

6.4.2 Определение относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли целевого компонента в смеси на выходе генератора

Определение относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли целевого компонента проводится методом компарирования ГС, полученных при помощи эталонного генератора, входящего в состав эталонных комплексов и генератора газовых смесей ДГГС. При этом расхождение концентраций в ГС не должно превышать 15 %.

Компаратором служат газоанализаторы, входящие в состав эталонных флуоресцентного, хемилюминесцентного и электрохимического комплексов аппаратуры для передачи размера единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах, входящих в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-11.

Определение погрешности проводится для химически активных газов (NO, NO₂, H₂S, SO₂, NH₃, HCl, Cl₂, CH₃SH, C₂H₅SH) по диоксиду азота (NO₂), так как диоксид азота обладает наиболее ярко выраженным химически активными свойствами. Для химически неактивных газов (CO, CO₂, H₂, O₂, CH₄, C₂H₂, C₂H₄, C₂H₆, C₃H₆, C₃H₈, C₄H₁₀, C₅H₁₂, C₆H₁₄, CH₃OH, N₂O, Ar, He) определение погрешности проводится по оксиду углерода (CO).

В качестве исходных газовых смесей для генератора газовых смесей ДГГС используют газовые смеси ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов в баллонах под давлением по ТУ 6-16-2956-01, входящие в комплект генератора.

В качестве газа-разбавителя для рабочего эталона и генератора эталонных установок необходимо использовать азот особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9294-74, азот высокой чистоты по ТУ 6-21-39-79.

В качестве аттестованных газовых смесей для эталонного генератора используют газовые смеси – эталоны сравнения в баллонах под давлением по ГОСТ 8.578-2008. Перечень газовых смесей – эталонов сравнения указан в приложении Б.

Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации генератора ЮГРЦ 418313.001 не менее 2-х ГС с молярной долей целевого компонента, соответствующей (30 – 90) % диапазона измерений газоанализаторов-компараторов, входящих в состав эталонных комплексов.

Полученную на генераторе аттестуемую газовую смесь подают на вход газоанализатора-компаратора.

В качестве аттестованных ГС используют ГС, получаемые при помощи эталонного разбавительного генератора газовых смесей в комплекте с первичными эталонными газовыми смесями определяемых компонентов в баллонах под давлением по ГОСТ 8.578-2008.

Выполняют измерения в соответствии с руководством по эксплуатации на эталонные комплексы Хд 1.456.448 РЭ, Хд 1.456.449 РЭ, Хд 1.456.451 РЭ (раздел 2.4) и ИРМБ.413426.001 РЭ.

Число измерений для каждой концентрации – в соответствии с РЭ на каждый эталонный комплекс.

Проводят расчет относительной погрешности компарирования (So) в соответствии с РЭ на каждый эталонный комплекс.

Если So превышает значение, указанное в РЭ, то необходимо провести дополнительно 5 новых измерений и снова провести его расчет.

Рассчитывают значение объемной (молярной) доли C_o , % определяемого компонента в каждой ГС на выходе эталонного комплекса в соответствии с РЭ.

Рассчитывают относительную погрешность испытываемого генератора ($\square o$, %) для каждого задаваемого значения объемной (молярной) доли целевого компонента по формуле:

$$\delta_o = \frac{C_3 - C_o}{C_o} \cdot 100 \quad (1)$$

C_3 - значение объемной (молярной) доли компонента на выходе генератора, рассчитанное на основании значений расходов исходного газа и газа-разбавителя, отображаемых на дисплее, %.

C_o - действительное значение объемной (молярной) доли целевого компонента в ГС на выходе испытываемого генератора, определенное при помощи установок эталонного комплекса, %.

Относительная погрешность генератора не должна превысить значений, приведенных в Приложении В для каждого целевого компонента, используемого при компарировании.

7. Оформление результата поверки

7.1. При проведении поверки генератора составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие генератора предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола приведена в Приложении А.

7.2. Генератор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

7.4. При отрицательных результатах поверки, генератор к применению не допускается, на него выдается извещение о непригодности с указанием причины.

Приложение А

Протокол поверки генератора газовых смесей ДГГС

Зав. номер генератора _____

Дата выпуска _____

Организация, представившая генератор на поверку _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха / _____ °C

атмосферное давление _____ кПа

относительная влажность _____ %

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

Проверка общего функционирования _____

Герметичность _____

3. Результаты определения метрологических характеристик

3.1 Результаты определения относительной погрешности измерения расхода по каналам

Показания генератора, Q_t , см ³ /мин	Показания калибратора расхода газа Cal=Trak SL-800, Q_c , см ³ /мин			Относительная погрешность $\frac{Q_r - Q_c}{Q_c} \cdot \%$		Выводы
	при увеличении	при уменьшении	Среднее	Полученное значение	Допускаемое значение	

3.2 Результаты определения относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли целевого компонента в смеси на выходе генератора

Целевые компоненты	Диапазон воспроизведения объемной (молярной) доли целевого компонента, %	Заданное на генераторе значение объемной (молярной) доли, C_3 , %	Действительное (измеренное на эталонном комплексе) значение молярной доли, C_d , %	Относительная погрешность, %	
				полученная	нормированная
NO_2	$1,0 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-3}$ вкл				
	св $1,0 \cdot 10^{-3} - 10$				
CO	$1,0 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-2}$ вкл				
	св $1,0 \cdot 10^{-2} - 10$				

4. Заключение _____

(соответствует или не соответствует требованиям, приведенным в данной методике)

Поверитель _____

(подпись)

Дата поверки “ ____ ” 20 г.

Приложение Б

Перечень газовых смесей – эталонов сравнения по ГОСТ 8.578-2008, применяемых при поверке генератора газовых смесей ДГГС

№ п/ п	Тип эталона	Определяемый и фоновый компо- ненты	Молярная доля компонента, %	Относитель- ная погреш- ность
1	Хд 2.706.138-ЭС52	NO ₂ +N ₂ (воздух)	0,5 - 17,0	0,3
2	Хд 2.706.138-ЭС13	NO ₂ +N ₂ (воздух)	0,001 - 0,1	1,5 - 0,75
3	Хд 2.706.136-ЭС283	CO+N ₂ (воздух)	0,5 - 10	0,75 - 0,3
4	Хд 2.706.136-ЭС281	CO+N ₂ (воздух)	0,001 - 0,1	0,75

Приложение В

Пределы допускаемой погрешности заданного значения объемной (молярной) доли целевых компонентов в смеси на выходе генератора ДГГС

Целевые компоненты	Диапазон воспроизведения объемной доли целевого компонента, %	Пределы допускаемой относительной погрешности аттестации исходной ГС, %	Пределы допускаемой отн. погрешности заданного значения объемной доли целевого компонента в смеси на выходе генератора, %
NO ₂	$1,0 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-3}$ вкл	менее ± 2,0	± 4,5
		± (св 2,0 до 3,0 вкл)	± 5,0
		± (св 3,0 до 4,0 вкл)	± 6,0
	св $1,0 \cdot 10^{-3} - 10$	менее ± 1,0	± 3,0
		± (св 1,0 до 2,0 вкл)	± 4,0
		± (св 2,0 до 4,0 вкл)	± 4,5
CO	$1,0 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-2}$ вкл	± (св 0,5 до 4,0 вкл)	± 5,0
		менее ± 1,0	± 2,5
	св $1,0 \cdot 10^{-2} - 10$	± (св 1,0 до 2,0 вкл)	± 3,0
		± (св 2,0 до 4,0 вкл)	± 4,5