

УТВЕРЖДАЮ

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

Ханов Н.И.

« 31 » июля 2015 г.



Государственная система обеспечения единства измерений


Газоанализаторы SPM Z-purge

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП 242-1917-2015

л.р 62968-15

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


Л.А. Конопелько
«__» _____ 2015 г.

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


Н.Б. Шор
«__» _____ 2015 г.

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы SPM Z-purge фирмы «Honeywell Analytics Inc.», США (далее – газоанализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

Первичная поверка газоанализатора (при вводе в эксплуатацию и после ремонта) проводится по увлажненным поверочным газовым смесям (ПГС) определяемого компонента (этилхлорформата).

Периодическая поверка датчика проводится по ПГС без увлажнения с использованием поправочного коэффициента и каждые 3 года – по увлажненным ПГС.

Поверку проводят в комплекте преобразователем первичным измерительным ленточным (бумажной индикаторной лентой EP Chemcassette – далее ИЛ), применяемым с газоанализатором.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл. 1

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта	Обязательность проведения операций	
			при первичной поверке	при периодической поверке
1	Внешний осмотр	6.1	да	да
2.	Опробование	6.2	да	да
2.1	Проверка общего функционирования	6.2.1	да	да
2.2	Проверка срабатывания сигнализации	6.2.2	да	да
2.3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.3	да	нет
3.	Определение метрологических характеристик	6.3	да	да
3.1	Определение основной погрешности	6.3	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 НД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.2.2., 6.3	Ротаметр РМ-А-0,063 ГУЗ по ГОСТ 13045-81. Верхний предел диапазона измерений 0,063 м ³ /ч
6.3	Рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС (исп. ГГС-Р, ГГС-К) по ШДЕК.418313.900 ТУ (№ 45189-10 в Госреестре СИ РФ) в комплекте со стандартными образцами состава: газовые смеси этилхлорформиат/N ₂ , в баллонах под давлением по ТУ 6-16-2956-92, пределы допускаемой относительной погрешности генератора $\pm 7\%$
6.3.	Генератор влажного газа ГВГ-902 по ШДЕК 418313.900 ТУ (№ 60571-15 в Госреестре СИ РФ), диапазон воспроизведения относительной влажности от 1 до 93 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по относительной влажности $\pm 1\%$. СИ по документу МИ-242-7-2015 «Методика измерений молярной доли этилхлорформиата в газовых смесях газохроматографическим методом»: хроматограф газовый 7890A Series II Network GC System (номер Госреестра 52326-12) с детектором масс-селективным Agilent 5975, Фирма "Agilent Technologies", США, (номер Госреестра 37962-08), чувствительность детектора (250 : 1)
6.3.	Поверочный нулевой газ - воздух по ТУ 6-21-5-85
4, 6.3	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С
	Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25011.1513.-79, диапазон измеряемого атмосферного давления от 610 до 790 мм рт. ст., предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт. ст., диапазон рабочих температур от 10 °С до 50 °С
	Психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-1607.054-85, диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус 10 °С до 30 °С

2.2. Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО в баллонах под давлением - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

3.2 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации (РЭ) на газоанализаторы.

3.3 При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться требования ГОСТ 949-73 и «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором.

3.4 При работе с газоанализаторами необходимо соблюдать общие требования безопасности «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Минэнерго РФ №6 от 13.01.2003 и «Межотраслевых правил по охране труда (правил безопасности) при эксплуатации электроустановок» ПОТ РМ-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00, введенных в действие с 01.07.2001 г.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки по увлажненным ПГС должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) поверяемый газоанализатор должен быть подготовлен к работе в соответствии с НД на него;

2) генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К и генератор влажного газа ГВГ-902 должны быть подготовлены к работе в соответствии с НД на них, средства поверки, указанные в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

3) ГСО ЭХФ и ПНГ (воздух) в баллонах должна быть выдержана в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 ч, поверяемый газоанализатор - в течение 2 ч;

4) пригодность ГСО и ПНГ в баллонах под давлением должна быть подтверждена паспортами на них;

5) провести сборку газовой схемы, приведенной на рис. 1 Приложения А, с использованием фторопластовой трубки.

6) Провести в соответствии с Руководством по эксплуатации на генераторы ГГС и ГВГ-902 расчет режимов работы для приготовления увлажненных (60 ± 5 % отн.) газовых смесей ЭХФ с концентрациями, приведенными в Приложении Б.

Расход ПГС должен быть не менее 1,5 дм³/мин, т.е. быть достаточным для газоанализатора и отбора ГС по МИ-242-7-2015.

Контроль расхода на сбросе тройника осуществляют при помощи ротаметра. Расход на сбросе должен составлять (0,3 – 0,9) дм³/мин.

После проверки ротаметр отсоединяют.

7) должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

5.2. Перед проведением поверки по ПГС без увлажнения должны быть выполнены следующие подготовительные работы :

1) проведены операции по п.п. 5.1.1), 5.1.3), 5.1.4).

2) генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К должен быть подготовлен к работе в соответствии с НД на них, средства поверки, указанные в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

3) выход генератора через тройник соединить со входом газоанализатора при помощи фторопластовой трубки.

Расход ПГС должен быть не менее 1,5 дм³/мин

Контроль расхода на сбросе тройника осуществляют при помощи ротаметра. Расход на сбросе должен составлять (0,3 – 0,9) дм³/мин.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность газоанализатора.

6.1.2 Для газоанализатора должны быть установлены:

- исправность органов управления;
- четкость надписей на лицевой панели.

Для партии индикаторной ленты ИЛ должны быть установлено:

- маркировка и срок годности на упаковке;
- целостность упаковки,
- целостность ленты,
- окраска – белая.

Газоанализатор считают выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования

Включают прибор и после прогрева газоанализатор проверяют его функционирование в соответствии с РЭ.

С помощью ротаметра, подсоединенного на период проверки к входному штуцеру газоанализатора, проверяют наличие и величину расхода пробы воздуха.

Расход пробы должен составлять $(0,8 \pm 0,2)$ дм³/мин.

6.2.2. Проверка срабатывания сигнализации

Проверка осуществляется в соответствии с разделом 1 «Руководства по эксплуатации».

6.2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО) и тестовых команд газоанализатора.

Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО) проводится визуально просмотром наклейки на приборе.

Вывод тестовых команд на дисплей осуществляется при включении газоанализатора с помощью ключа ChemKey SPM в следующей последовательности: TEST, уровни сигнализации (2 уровня) и их номинальные значения, тип индикаторной ленты Chemcassete.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считают положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений (приложение к свидетельству об утверждении типа) и тестовые команды соответствуют указанным выше.

Результаты опробования считают положительными, если газоанализатор соответствует требованиям п.п. 6.2.1 - 6.2.3.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение основной приведенной (относительной) погрешности проводят при поочередной подаче на газоанализатор поверочных газовых смесей в последова-

тельности: №№ 1-2-3-4 и считывании показаний с дисплея газоанализатора для каждой ПГС.

Подачу ПГС на газоанализатор осуществляют в соответствии с п.5.1.5), п.5.1.6) (увлажненные ПГС) или с п.5.2.3) (ПГС без увлажнения).

Одновременно с подачей увлажненных ПГС на газоанализатор, осуществляют отбор ГС из линии сброса (см. рис 1 Приложения А) в соответствии с МИ 242-7-2015 для определения действительного значения содержания (X_d в ppb) компонента в ГС.

При подаче ПГС без увлажнения действительное значение содержания (X_d в ppb) компонента в ГС рассчитывают по формулам указанным в руководстве по эксплуатации на генератор газовых смесей ГГС.

Номинальные значения содержания определяемых компонентов в ПГС приведены в таблице Б.1 Приложения Б.

Значения основной приведенной погрешности (γ в %) для диапазонов, приведенных в таблице В1 Приложения В, рассчитывают для каждой ПГС по формуле:

$$\gamma = \frac{X_i - X_d \cdot K}{X_k} \cdot 100 \quad (1)$$

где

X_i – показания газоанализатора при подаче ПГС, ppb;

X_d - действительное значение объемной доли определяемого компонента в ПГС, ppb, полученное в соответствии с МИ № 242-7-2015 (при поверке по увлажненным ПГС) или рассчитанное на выходе генератора ГГС (при поверке по ПГС без увлажнения);

X_k - верхний предел диапазона измерений, ppb;

K – поправочный коэффициент, учитывающий влияние влаги в ПГС, равный 1,20 – для увлажненных ПГС или 1,0 – для ПГС без увлажнения.

Значения основной относительной погрешности (δ в %) для диапазонов, приведенных в таблице В1 приложения В, рассчитывают для каждой ПГС по формуле:

$$\delta = \frac{X_i - X_d \cdot K}{X_d \cdot K} \cdot 100 \quad (2)$$

Результаты определения считают положительными, если основная приведенная (относительная) погрешность не превышает значения, приведенного в таблице В1. Приложения В.

6.3.2. Проверка поправочного коэффициента (K) при использовании ПГС без увлажнения и с увлажнением (проводится при первичной поверке и периодической поверке раз в 3 года)

Проверка проводится при подаче на вход газоанализатора ПГС №№ 2 и 3, приготовленных с использованием газа-разбавителя без увлажнения (влаги не более 7 ppm) и с увлажнением (60 ± 5) % отн.

Поправочный коэффициент (K) определяется отношением показаний газоанализатора при подаче увлажненной ПГС к показаниям газоанализатора при подаче ПГС без увлажнения.

Результаты определения считают положительными, если значение поправочного коэффициента находится в пределах $(1,20 \pm 0,08)$.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки газоанализаторов составляется протокол поверки. Форма протокола приведена в Приложении Г.

7.2. Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

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

7.4. При отрицательных результатах поверки применение газоанализаторов запрещается и выдается извещение о непригодности.

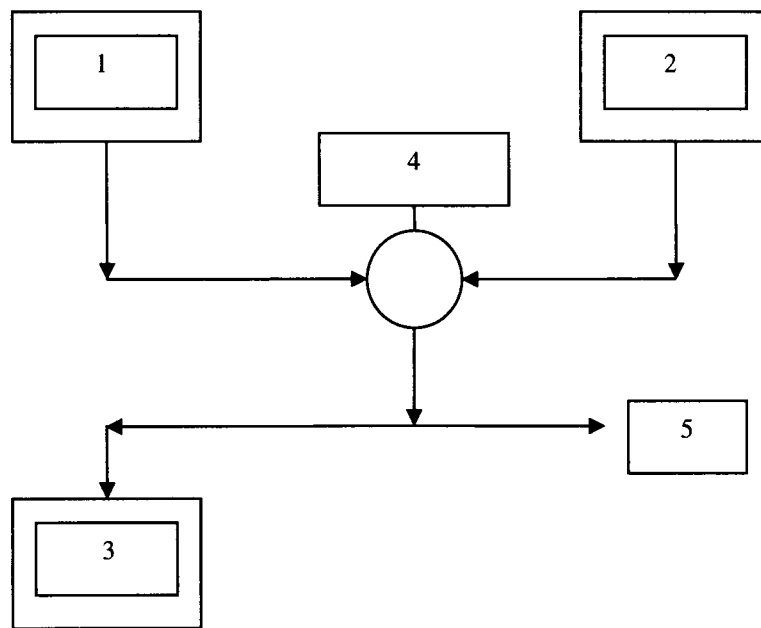


Рис.1. Газовая схема для определения основной погрешности газоанализатора

- 1 –генератор газовых смесей
- 2 – генератор влажного газа
- 3 – поверяемый газоанализатор
- 4 – смеситель
- 5 – ротаметр или сброс

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Таблица Б1. ПГС, используемые при поверке газоанализаторов SPM Z-purge

Определяемый компонент	Диапазоны измерений объемной доли определяемого компонента, ppb (млн ⁻¹)	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ПГС, пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹ (ppm)				Источник получения ПГС
		ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	ПГС №4	
1	2	3	4	5	6	7
Этилхлорформат (ЭХФ)	0 – 20 св. 20 – 300	ПНГ	-	-	-	Поверочный нулевой газ - воздух по ТУ 6-21-5-85 в баллонах под давлением.
		-	30 ± 10	150 ± 15	240 ± 30	Генератор газовых смесей ГГС-03-03 ШДЕК.418319.001 в комплекте с ГСО ЭХФ/N ₂ ТУ 6-16-2956-92, газ-разбавитель - воздух по ТУ 6-21-5-85. СИ таблицы 2

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Таблица В.1.

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента, ppb (млрд ⁻¹)	Пределы допускаемой основной погрешности		Номинальная цена единицы наименьшего разряда дисплея, ppb (млрд ⁻¹)
		приведенной, γ, %	относительной, δ, %	
Этилхлорформиат (ЭХФ)	От 0 до 20	± 25	-	1
	Св. 20 до 300	-	± 25	
Примечание: 1. Пересчет значений объемной доли X, млрд ⁻¹ , в массовую концентрацию С, мг/м ³ , проводят с использованием коэффициента, равного 0,00451 (при условиях 20 °С и 101,3 кПа по ГОСТ 12.1.005-88).				

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Газоанализатор SPM Z-purge

Зав. № газоанализатора _____

Номер партии ИЛ _____

Дата поверки _____

Поверено в соответствии с документом МП 242-1917-2015 «Газоанализаторы SPM Z-purge. Методика поверки».

Основные средства поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °C;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____.

2. Результаты опробования _____.

3. Результаты определения метрологических характеристик.

3.1. Результаты определения основной приведенной (относительной) погрешности

Определяемый компонент	Диапазоны измерений	Пределы допускаемой основной погрешности		Максимальные значения основной погрешности, полученные при поверке, %	
		приведенной	относительной	приведенной	относительной

3.2. Результаты проверки поправочного коэффициента _____

4. Заключение _____.

Поверитель _____.