

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
М им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«03» мая 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы нулевого воздуха AQMS-100

Методика поверки

МП-242-2532-2023

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений

— А.В.Колобова

Инженер

А.А. Нечаев

«03» мая 2023 г.

Санкт-Петербург

2023 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы нулевого воздуха AQMS-100 (далее – генераторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Генераторы являются рабочими эталонами 1-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315 и могут применяться для испытаний средств измерений в целях утверждения типа, поверки и калибровки средств измерений (газоанализаторов, газосигнализаторов, хроматографов, газоаналитических систем, газоаналитических преобразователей и др.).

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается прослеживаемость генераторов газовых смесей AQMS-100 к Государственно- му первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной Приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – метод прямых измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	Да	Да	7
2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
3 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.3
3.1 Проверка общего функционирования	Да	Да	8.3.1
3.1 Проверка диапазона задания рабочего давления воздуха на выходе генераторов	Да	Да	8.3.2
4 Определение метрологических характеристик	Да	Да	9
4.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генераторов	Да	Да	9.1
5 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	Да	Да	10

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

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность окружающей среды, % до 90;
- атмосферное давление, кПа от 98 до 105.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с генераторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, эксплуатационной документацией на генераторы, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности, допущенные к работе на аналитических установках из состава Государственного первичного эталона ГЭТ 154-2019 или вторичного эталона.

5 Метрологические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений п. 9 Определение метрологических характеристик	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +10 °С до +30 °С, с абсолютной погрешностью не более ±1 °С; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ±3 %; средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 98 до 105 кПа, с абсолютной погрешностью не более ±1 кПа	Прибор комбинированный Testo 608-H1, Testo 608-H2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, мод. Testo 622, рег. № 53505-13
п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений п. 9 Определение метрологических характеристик	Трубка фторопластовая, внешний диаметр 6 мм Тройник для подсоединения трубок диаметром 6 мм Ротаметр, верхний предел измерений от 0,5 до 3,0 дм ³ /мин Трубка ПВХ, 6×1,5 мм Редуктор CYL-1, максимальное давление на входе 250 кгс/см ² , максимальное выходное давление 25 кгс/см ² Средства измерений объемного расхода газа. - диапазон измерений от 18 до 20 дм ³ /мин; - пределы допускаемой относительной погрешности измерений ±1 %	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87* Тройник фторопластовый с обжимными фитингами для подсоединения трубок диаметром 6 мм * Ротаметр типа РМ по ГОСТ 13045-81 * Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм * Редуктор CYL-1 производства GO Regulator * Расходомер - счетчик газа РГТ, модификаций РГТ-5, рег. № 51713-18

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>Средства измерений избыточного давления газа.</p> <ul style="list-style-type: none"> - диапазон измерений от 100 до 300 кПа; - пределы допускаемой относительной погрешности измерений $\pm 2\%$ 	Манометр деформационный образцовый с условной шкалой типа МО, рег. № 5768-67
п.9 Определение метрологических характеристик	<p>Государственный первичный эталон ГЭТ 154-2019 или вторичный эталон в соответствии с поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315.</p> <ul style="list-style-type: none"> - диапазоны измерений объемной доли компонентов (CH_4, CO, SO_2, H_2S, NO, NO_2, NH_3) от $0,00015 \text{ млн}^{-1}$ до $0,025 \text{ млн}^{-1}$; - доверительные границы относительной погрешности при $P=0,95$ от $\pm 6\%$ до $\pm 2,5\%$. <p>Стандартные образцы утвержденных типов 1-разряда в соответствии с поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315 - ГСО 10531-2014 и эталоны сравнения ГСО 10774-2016 с объемной долей целевого компонента:</p> <p>CH_4 600 млн^{-1}, CO 20 млн^{-1}, SO_2 4 млн^{-1}, H_2S 7 млн^{-1}, NO 4 млн^{-1}, NO_2 1 млн^{-1}, O_3 $0,05 \text{ млн}^{-1}$, NH_3 30 млн^{-1}</p>	<p>Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 или</p> <p>Вторичный эталон в соответствии с ГПС утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315</p> <p>Стандартные образцы состава газовой смеси (ГС) в баллонах под давлением (1-го разряда и эталоны сравнения):</p> <ul style="list-style-type: none"> – $\text{CO}/\text{воздух}$ (ГСО 10531-2014), – NO/N_2 (ГСО 10774-2016), – NO_2/N_2 (ГСО 10774-2016), – SO_2/N_2 (ГСО 10774-2016), – $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ (ГСО 10774-2016), – NH_3/N_2 (ГСО 10774-2016), – CH_4/N_2 (ГСО 10531-2014)
	Генератор газовых смесей - рабочий эталон 1-го разряда в соответствии с поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315.	Генератор нулевого воздуха ГНГ-01, рег. № 26765-15

5.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых генераторов с требуемой точностью: отношение погрешности средств поверки к пределам допускаемой погрешности поверяемых генераторов, должно быть не более 1/2.

5.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*» должны быть поверены, стандартные образцы состава газовые смеси в баллонах под давлением должны иметь действующие паспорта, эталоны аттестованы

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Содержание вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают требования Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденных приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2020 № 536.

6.5 Сброс газов и газовых смесей должен осуществляться за пределы помещения согласно «Правилам безопасности сетей газораспределения и газопотребления», утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору России от 15.12.2020 № 531.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре генераторов должно быть установлено отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность.

7.2 Комплектность и маркировка, в том числе знак утверждения типа, должны соответствовать указанным в описании типа на генераторы.

7.3 Для генераторов должны быть установлены:

- исправность органов управления и настройки;
- четкость всех надписей;
- четкость и контрастность дисплея.

7.4 Генераторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки.

8.1.1 Производят контроль условий поверки на соответствие разделу 3 настоящей методики поверки.

8.1.2 Результат проверки считают положительным, если условия поверки соответствуют условиям, приведенным в разделе 3 настоящей методики поверки.

8.2 Подготовка к поверке.

8.2.1 Подготавливают генераторы к работе в соответствии с требованиями его Руководства по эксплуатации (РЭ).

8.2.2 Подготавливают к работе средства поверки, указанные в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.2.3 Проверяют наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением.

8.2.4 Включают приточно-вытяжную вентиляцию.

8.2.5 При подаче газовых смесей (ГС) на эталон подключают фторопластовую трубку с выхода генератора газовых смесей к штуцеру входа анализируемого газа через байпас (тройник). Расход ГС должен быть не менее чем на 10 % выше расхода, потребляемого эталоном. Контроль расхода производится при помощи ротаметра.

8.3 Опробование.

8.3.1 Опробование генератора заключается в проверке общего функционирования.

Проверку общего функционирования проводят в следующем порядке:

- включить электрическое питание генератора;
- убедиться в том, что на передней панели генератора: индикатор питания горит зеленым светом и индикатор неисправности выключен.

8.3.2 Проверка диапазона задания рабочего давления воздуха на выходе генераторов.

Проверку задания рабочего давления воздуха на выходе генератора проводят с помощью расходомера РГТ-5 и манометра образцового МО в следующей последовательности:

- к выходному штуцеру генератора через тройник подсоединяют образцовый манометр и вентиль точной регулировки (в закрытом режиме). К выходу вентиля точной регулировки присоединяют расходомер;
- включают поверяемый генератор;
- устанавливают по манометру генератора давление нулевого воздуха равное 210 кПа;
- с помощью вентиля тонкой регулировки, контролируя по расходомеру, устанавливают расход воздуха от 18 до 22 дм³/мин;
- фиксируют показания манометра образцового МО.

Результаты проверки считаются положительными, если давление воздуха на выходе генератора соответствует диапазону от 185 до 235 кПа при объемном расходе воздуха на выходе генератора от 18 до 20 дм³/мин.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генераторов.

9.1.1 С помощью генератора газовых смесей ГГС-03-03 (из состава эталона) и стандартных образцов состава ГС CH₄, CO, SO₂, H₂S, NO, NO₂, NH₃ в баллонах под давлением и генератора озона (из состава эталона) приготовить поочередно газовые смеси с объемной долей компонентов (примесей): CH₄ 600 млн⁻¹, CO 20 млн⁻¹, SO₂ 4 млн⁻¹, H₂S 7 млн⁻¹, NO 4 млн⁻¹, NO₂ 1 млн⁻¹, O₃ 0,05 млн⁻¹, NH₃ 30 млн⁻¹. В качестве газа-разбавителя использовать воздух генератора ГНГ-01.

9.1.2 Подать поочередно газовые смеси на вход генератора AQMS-100 (AIR IN) с расходом 5 дм³/мин.

9.1.3 Подачу воздуха от генераторов на эталон производить в следующей последовательности:

- установить на выход генератора вентиль точной регулировки расхода газа проходной
- соединить выход вентиля фторопластовой трубкой с тройником;
- соединить тройник с входом эталона и ротаметром.

Расход воздуха на выходе генератора должен быть не менее расхода, указанного в эксплуатационной документации на эталон. Контроль расхода производится при помощи ротаметра.

9.1.4 Подать нулевой воздух с выхода генератора на вход эталона для определения соответствующей (*i* – той) примеси, в соответствии с п. 9.1.3 и провести измерение объемной доли примеси ($X_i^{\text{эт}}$, млн⁻¹) в соответствии с эксплуатационной документацией на эталонный комплекс.

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

$$K \cdot X_i^{\text{эт}} \leq X_i \quad (1)$$

где X_i – нормированное значение объемной доли определяемой (*i* – той) примеси в нулевом воздухе, приведенное в таблице А.1. Приложение А, млн⁻¹.

K – коэффициент запаса равный 1,1.

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Генераторы признают соответствующим метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если:

- для каждой определяемой примеси в нулевом воздухе объемная доля на выходе генераторов соответствует требованиям, приведенным в таблице А.1 Приложения А.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Б.

11.2 Генераторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению в качестве рабочих эталонов 1-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца или лица, предоставившего генератор на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

11.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца или лица, предоставившего генератор на поверку, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

11.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Таблица А.1 – Основные метрологические характеристики генераторов нулевого воздуха AQMS-100

Определяемая примесь в нулевом воздухе на выходе генераторов	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе, Xi , млн ⁻¹ , не более ¹⁾
Диоксид серы (SO ₂)	0,0005
Сероводород (H ₂ S)	0,0005
Оксид азота (NO)	0,0005
Диоксид азота (NO ₂)	0,0005
Озон (O ₃)	0,0005
Аммиак (NH ₃)	0,005
Оксид углерода (CO)	0,025
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	0,02

¹⁾ Содержание 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»:

- для всех компонентов кроме углеводородов в пересчете на метан не более ПДК согласно ГОСТ 12.1.005-88;
- для углеводородов в пересчете на метан не более 600 млн⁻¹ (об.д.).

Протокол поверки генераторов нулевого воздуха AQMS-100

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ	
Зав. №	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования МП	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °C		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Средства поверки

(наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/аттестации)

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Внешний осмотр средства измерений

(результаты внешнего осмотра средства измерений)

2. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

(результаты подготовки к поверке и опробования средства измерений)

3. Определение метрологических характеристик средства измерений

3.1 Проверка диапазона задания рабочего давления воздуха на выходе генераторов

3.2 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генераторов.

Определяемая примесь в нулевом воздухе на выходе генератора	Объемная доля определяемой примеси на входе генератора, млн^{-1}	Действительное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, $X^{\partial T}_{изм}$, млн^{-1}	Нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, не более, X , млн^{-1}
Диоксид серы (SO_2)	4		0,0005
Сероводород (H_2S)	7		0,0005
Оксид азота (NO)	4		0,0005
Диоксид азота (NO_2)	1		0,0005
Озон (O_3)	0,05		0,0005
Аммиак (NH_3)	30		0,005
Оксид углерода (CO)	20		0,025
Углеводороды в пересчете на метан (CH_4)	600		0,02

4. Заключение _____

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

Поверитель _____

(подпись)

Дата поверки “ ____ ” 20 г.