

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

«26» июня 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Генератор газовых смесей 655ГР 05

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2214-2018

Зам. руководителя
научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений


_____ А.В. Колобова

" " _____ 2018 г.

Разработчик:
Научный сотрудник


_____ Н.Б. Шор

" " _____ 2018 г.

Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генератор газовых смесей 655ГР 05 (далее - генератор), предназначенный для воспроизведения единицы молярной (объемной) доли или массовой концентрации компонентов, приведенных в таблице 1, в воздухе или азоте и ее передачи рабочим средствам измерений, и устанавливает методы и средства его первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта	Обязательность проведения операций	
			При первичной поверке	При периодическ ой поверке
1.	Внешний осмотр	6.1.	да	да
2.	Опробование	6.2.	да	да
2.1.	Проверка герметичности газовой схемы генератора	6.2.1	да	да
2.2.	Проверка избыточного рабочего давления на капиллярных дозаторах генератора	6.2.2	да	да
3.	Определение метрологических характеристик	6.3.	да	да
3.1.	Определение относительной погрешности воспроизведения коэффициентов разбавления	6.3.1.	да	да
3.2.	Определение относительной погрешности генератора	6.3.2.	да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции получен отрицательный результат, дальнейшая поверка генератора 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 или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6	<p>Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном Информационном Фонде 53505-13)</p> <p>– диапазон измерений температуры от 10 °С до 30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °С;</p> <p>– диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %;</p> <p>– диапазон измерений абсолютного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности</p>
6.3	<p>Генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К (регистрационный номер в Федеральном Информационном Фонде 62151-15) в комплекте со стандартными образцами состава газовой смеси:</p> <p>- CO/N₂ (ГСО 10531-2014), NO₂/N₂ (ГСО 10546-2014) в баллонах под давлением</p>
6.3.1	<p>Газоанализатор-компаратор на оксид углерода, диапазон измерений от 0 до 150 млн⁻¹, относительное СКО среднего арифметического показаний, не более 2 %, например, газоанализатор CO12M.RU (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 68343-17)</p> <p>Секундомер электронный СЧЕТ-1М (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 40929-09)</p>
6.3.2	<p>Газоанализатор-компаратор на диоксид азота, диапазон измерений от 0 до 5 млн⁻¹, относительное СКО среднего арифметического показаний, не более 2 %, например, газоанализатор АС32М/CNH₃ модификаций АС32М, АС32М/CNH₃ (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 55213-13)</p>
6.2, 6.3	<p>Азот особой чистоты 1-й сорт в баллоне под давлением, ГОСТ 9293-74, синтетический воздух – стандартный образец O₂/N₂ или очищенный воздух, полученный при помощи генератора нулевого воздуха утвержденного типа, например, генератор нулевого воздуха ГНГ-01 (регистрационный № 26765-15 в Федеральном Информационном Фонде)</p> <p>Вентиль трассовый точной регулировки ВТР-4, диапазон рабочего давления (0-6) кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм</p> <p>Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95</p> <p>Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 4 мм, толщина стенки 1 мм</p> <p>Трубка ПВХ по ГОСТ 19034-82, внутренний диаметр 7 мм, толщина стенки 0,6 мм</p>

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 - ГС в баллонах под давлением - действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

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

3.1.2 Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.1.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением", утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

3.1.4 При работе с генератором необходимо соблюдать общие требования безопасности «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные приказом Минэнерго РФ № 6 от 13.01.2003, и «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Минтруда России № 328н от 24.07.2013, введенные в действие с 04.08.2014 г.

3.2 К проведению поверки генератора допускают лиц, ознакомленных с ЭД, имеющих квалификацию поверителя и прошедших инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

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

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) Поверяемый генератор должен быть подготовлен к работе в соответствии с ААЮД.066759.001 РЭ;

2) Генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К, газоанализаторы компараторы на СО и NO₂ должны быть подготовлены в соответствии с руководствами по эксплуатации.

3) баллоны с азотом и воздухом должны быть выдержаны в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 ч;

4) пригодность всех средств поверки должна быть подтверждена свидетельствами об их поверке.

5.2 Пересчет массовой концентрации C , мг/м³, в объемную (молярную) долю X , млн⁻¹, 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), дм³/моль;
 M – молярная масса целевого компонента, г/моль.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

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

6.1.2 Для генератора должны быть установлены:

а) исправность органов управления, тумблеры «УСТАНОВКА КОЭФФИЦИЕНТА РАЗБАВЛЕНИЯ» должны свободно переключаться из выключенного положения во включенное положение и обратно;

б) четкость надписей на лицевой панели;

в) свободное перемещение поплавков в индикаторах расхода газа «СМЕСЬ» и «ИСХОДНЫЙ ГАЗ» при подаче газа;

г) целостность стекла манометра.

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

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка герметичности газовой схемы генератора

Проверка герметичности газовых систем генератора состоит из проверки герметичности всей системы в целом и проверки герметичного запираания клапанов.

6.2.1.1 Проверку герметичности газовой системы проводить следующим образом:

- проведите подключение через баллонный редуктор баллон с газом-разбавителем (азот газообразный особой чистоты 1-й сорт по ГОСТ 9293-74) к штуцеру «ГАЗ-РАЗБАВИТЕЛЬ», а манометр МО 250-0,1Мпа-0,15 – к штуцеру «ИСХОДНЫЙ ГАЗ»;

- соедините трубкой ПВХ штуцер «СМЕСЬ» со штуцером «СБРОС»;

- осторожно подайте газ-разбавитель на генератор, контролируя давление по присоединенному манометру;

- прекратите подачу газа, пережав зажимом перед штуцером «ГАЗ-РАЗБАВИТЕЛЬ» трубку, подводящую газ-разбавитель, после достижения давления (30 ± 3) кПа $[(0,3 \pm 0,03)$ кгс/см²];

- выкрутите винт на баллонном редукторе и закройте вентиль на баллоне;

- включите все клапаны, переведя тумблеры «УСТАНОВКА КОЭФФИЦИЕНТА РАЗБАВЛЕНИЯ» на передней панели генератора в нижнее положение;

- проведите отсчет показаний по манометру спустя 5 мин;

- регистрируйте каждые 10 мин падение давления в системе в течение 30 мин.

Результаты проверки считаются положительными, если изменение давления за 30 мин не превышает 0,9 кПа (0,009 кгс/см²)

6.2.2 Проверка избыточного рабочего давления на капиллярных дозаторах генератора

Проверку избыточного рабочего давления на капиллярных дозаторах генератора проводить в соответствии с п. 2.2.1 ААЮД.066759.001 РЭ.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительной погрешности воспроизведения коэффициентов разбавления (относительного отклонения коэффициентов разбавления от номинального значения)

Определение относительной погрешности воспроизведения коэффициентов разбавления проводят методом компарирования – путем последовательной подачи на газоанализатор-компаратор оксида углерода с относительным СКО среднего арифметического показаний не более 2%), ГС оксида углерода в азоте, приготавливаемой при помощи поверяемого генератора и генератора ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К, дальнейшим расчетом коэффициента разбавления поверяемого генератора (K_i) и сличением коэффициентов разбавления поверяемого генератора (K_n), приведенном в паспорте, с K_i .

Для определения K_i с 1-го по 7-й клапан включительно в качестве исходного ГС используют стандартный образец состава газовую смесь CO/N_2 (ГСО 10531-2014) с объемной долей CO ($1,90 \pm 0,10$) %, для определения K_i с 7-го по 10-й клапан включительно в качестве исходного ГС - стандартный образец состава газовую смесь CO/N_2 (ГСО 10531-2014) с объемной долей CO ($0,0900 \pm 0,0045$) %.

Определение проводить следующим образом:

На вход газоанализатора-компаратора подают азот газообразный особой чистоты 1-й сорт по ГОСТ 9293-74 и корректируют его нулевые показания.

Далее азот газообразный особой чистоты 1-й сорт по ГОСТ 9293-74 подают поочередно на вход для газа-разбавителя генераторов, а исходную ГС - на вход для исходных газов в соответствии с РЭ на каждый генератор.

ГС, полученную с помощью генераторов 655ГР 05 и ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К, поочередно подают на газоанализатор-компаратор при последовательном включении всех клапанов, фиксируя постоянные показания по дисплею газоанализатора. Относительное отклонение концентраций, приготавливаемых на генераторе 655ГР 05 и генераторе ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К, должно быть не более ± 15 %.

Перед включением и после выключения каждого клапана необходимо фиксировать значения нулевого сигнала в течение не менее 1 мин.

Проводят не менее двух измерений на каждом клапане.

Рассчитывают относительную погрешность воспроизведения коэффициентов разбавления (δ в %), для каждого клапана поверяемого генератора по формуле:

$$\delta = \frac{K_n - K_i}{K_i} \cdot 100, \quad (2)$$

где:

K_n – коэффициент разбавления, указанный в паспорте генератора.

K_i – рассчитанное по формуле (3) значение коэффициента разбавления:

$$K_i = \frac{C_b \cdot \bar{C}_{изм. ГС}}{C_{д. ГС} \cdot \bar{C}_{изм. ГР}}, \quad (3)$$

где:

C_b – объемная доля компонента в исходной ГС, приведенная в паспорте, $млн^{-1}$;

$C_{д. ГС}$ – объемная доля компонента в ГС на выходе генератора ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К (заданное значение), $млн^{-1}$;

$C_{изм.ГГС}$ – среднее арифметическое значение показаний газоанализатора-компаратора при подаче ГС, приготовленной на генераторе ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К, $млн^{-1}$;

$\bar{C}_{изм.ГР}$ – среднее арифметическое значение показаний газоанализатора-компаратора при подаче ГС, приготовленной на генераторе 655ГР 05, $млн^{-1}$.

Результаты определения считают положительными, если значения относительной погрешности воспроизведения коэффициентов разбавления для каждого клапана поверяемого генератора находятся в пределах $\pm 3 \%$.

6.3.2. Определение относительной погрешности генератора

Определение относительной погрешности проводят с использованием газоанализатора-компаратора на диоксид азота диапазон измерения от 0 до 5 $млн^{-1}$, относительное СКО среднего арифметического показаний, не более 2 % методом компарирования.

В качестве исходной ГС для поверяемого генератора используют стандартные образцы состава: газовые смеси NO_2 / N_2 (ГСО 10546-2014) с объемной долей NO_2 (350 ± 35) $млн^{-1}$.

В качестве газа-разбавителя используют очищенный воздух, полученный при помощи генератора нулевого воздуха утвержденного типа.

Получить на поверяемом генераторе и генераторе ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К газовую смесь (ГС) с объемной долей в диапазоне от 1,0 до 4,0 $млн^{-1}$ для NO_2 и поочередно подать на вход газоанализатора-компаратора. Относительное отклонение концентраций, приготавливаемых на поверяемом генераторе и генераторе ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К, должно быть не более $\pm 15 \%$.

Отсчет показаний проводить с дисплея газоанализатора компаратора.

Измерение проводить не менее трёх раз.

Рассчитывают относительную погрешность (δ в %) по формуле:

$$\delta = \frac{C_{зад.} - C_{\delta}}{C_{\delta}} \cdot 100, \quad (4)$$

где:

$C_{зад.}$ – значение объемной доли компонента в ГС, полученной на генераторе 655ГР 05 (расчетное значение), $млн^{-1}$;

C_{δ} – действительное значение объемной доли компонента в ГС, полученной на генераторе 655ГР 05, рассчитанное по формуле (5), $млн^{-1}$.

$$C_{\delta} = \frac{\bar{C}_{изм.ГР} \cdot C_{д.ГГС}}{\bar{C}_{изм.ГГС}}, \quad (5)$$

Результаты поверки считают положительными, если значения относительной погрешности находятся в пределах, приведенных в таблице А1 Приложения А.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2 Генератор, удовлетворяющий требованиям методики поверки, признается годными к применению.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке по форме, установленной приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

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

7.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке или на корпус генератора.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Основные метрологические и технические характеристики генератора
Таблица Б1

Компонент	Диапазон воспроизведения		Пределы допускаемой относительной погрешности ¹⁾ , %
	объемной доли компонента, млн ⁻¹	массовой концентрации компонента, мг/м ³	
NO	от 0,05 до 0,5 включ. св. 0,5 до 1000	от 0,06 до 0,6 включ. св. 0,6 до 1250	±10 ±6
NO ₂	от 0,05 до 0,10 включ. св. 0,10 до 1000	от 0,09 до 0,19 включ. св. 0,19 до 1900	±8 ±6
SO ₂	от 0,020 до 0,05 включ. св. 0,05 до 0,10 включ. св. 0,10 до 1000	от 0,05 до 0,15 включ. св. 0,15 до 0,30 включ. св. 0,30 до 2700	±12 ±7 ±6
H ₂ S	от 0,020 до 0,05 включ. св. 0,05 до 0,10 включ. св. 0,10 до 1000	от 0,03 до 0,07 включ. св. 0,07 до 0,14 включ. св. 0,14 до 1400	±12 ±7 ±6
CO	от 2,0 до 5 включ. св. 5 до 1000	от 2,3 до 5,8 включ. св. 5,8 до 1160	±7 ±5
CH ₄	от 10 до 20 включ. св. 20 до 1000	от 6,7 до 13,4 включ. св. 13,4 до 670	±7 ±5
NH ₃	от 0,05 до 0,10 включ. св. 0,10 до 0,5 включ. св. 0,5 до 1000	от 0,035 до 0,070 включ. св. 0,070 до 0,35 включ. св. 0,35 до 700	±12 ±8 ±6
C ₃ H ₈	от 20 до 1000	от 37 до 1850	±5
O ₂	от 100 до 1000	от 130 до 1300	±5
H ₂	50 до 1000	от 4,2 до 83	±5
C ₂ H ₆	от 20 до 1000	от 25 до 1250	±5
CO ₂	от 200 до 1000	от 360 до 1830	±5

¹⁾ Пределы допускаемой относительной погрешности установлены при использовании:
 - исходных ГС – стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением:
 NO, NO₂, NH₃, SO₂, H₂S в азоте (воздухе) с относительной погрешностью аттестации не более ±4 %, объемная доля определяемого компонента в ГС не должна превышать 2 % (об.);
 CO, CH₄, C₃H₈, CO₂, в азоте (воздухе), O₂ в азоте с относительной погрешностью аттестации не более ±3 %, объемная доля определяемого компонента в ГС не должна превышать 2 % (об.), объемная доля углеводородов в исходной ГС не должна превышать 50 % НКПР (нижний концентрационный предел распространения пламени), значения которых приведены в ГОСТ Р 52136-2003;
 - очищенного воздуха от генераторов чистого воздуха, внесенных в ФИФ по ОЕИ, синтетический воздух – стандартный образец O₂/N₂, азота газообразного особой чистоты по ГОСТ 9293-74.

ПРОТОКОЛ
поверки

наименование генератора _____

Зав.№ _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования :

2.1. Герметичность _____

Показания манометра, дел.	Время, мин.
	10
	20
	30

3. Результаты определения метрологических характеристик

3.1. Результаты определения относительной погрешности коэффициентов разбавления

Коэффициент разбавления, указанный в паспорте генератора, K_p	Рассчитанное значение коэффициента разбавления, K_i	Относительная погрешность коэффициентов разбавления, δ , %

3.2. Результаты определения относительной погрешности генератора

Значение объемной доли компонента в ГС, полученной на генераторе 655ГР 05 (расчетное значение), $C_{зад}$, млн ⁻¹	Действительное значение объемной доли компонента в ГС, полученной на генераторе 655ГР 05, C_o , млн ⁻¹	Относительная погрешность генератора, δ , %

4. Заключение _____

4. Поверитель _____