

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

М.п. «15» июля 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы нулевого воздуха рабочие эталоны 1-го разряда НВ-2000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2310-2019

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


_____ А.В. Колобова

« 15 » июля 2019 г.

Разработчик:
Инженер


_____ М.Ю. Горбунов

« 15 » июля 2019 г.

Санкт-Петербург
2019 г.

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы нулевого воздуха – рабочие эталоны 1-го разряда НВ-2000 (далее – генераторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Генераторы являются рабочими эталонами 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах».

Интервал между поверками – один год.

Примечание: Допускается проведение периодической поверки по конкретным примесям из перечня, приведенного в Приложении А, в соответствии с заявлением владельца СИ, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

1 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик	6.3	да	да
3.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генератора	6.3.1	да	да
3.2 Определение абсолютной погрешности поддержания давления в течение 8 ч непрерывной работы	6.3.2	да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

2 Средства поверки

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

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6.2., 6.3.2	Расходомер-счетчик газа РГТ модели РГТ-5, диапазон измерений объемного расхода газа от 2 до 20 дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности: ±1 % (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 51713-12)
	Манометр деформационный образцовый с условными шкалами типа МО, верхний предел измерений 10 кг/см ² , класс точности-0,4 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 43816-10)
	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм.

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6.2., 6.3.2.	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, 6,0 × 1,0 мм. Тройник со штуцерами на трубки 6 × 1,0 мм.
6.3.1	Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016
	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси – синтетический воздух ИП-ВНИИМ-ЭС ГСО 10768-2016 с суммарной объемной долей примесей не более 0,1 млн ⁻¹
	Стандартные образцы состава SO ₂ , H ₂ S, NO, NO ₂ , NH ₃ , CO, CO ₂ , CH ₂ O газовые смеси в баллонах под давлением (ГСО 10547-2014)
	Стандартные образцы состава CS ₂ газовые смеси в баллонах под давлением (ГСО 10538-2014)
	Стандартные образцы состава CH ₄ газовые смеси в баллонах под давлением (ГСО 10541-2014)
6.3.2	Секундомер электронный СЧЕТ-1М (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 40929-09)
6	Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)

2.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы состава ГС в баллонах под давлением - действующие паспорта.

3 Требования безопасности

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

3.2 Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должны превышать значений, приведенных в ГОСТ 12.1.005-88.

3.3 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.

3.4 При монтаже и 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.

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 90,6 до 104,8;
- изменение атмосферного давления за время проведения поверки не должно

превышать 3 кПа;

- изменение температуры окружающего воздуха за время проведения поверки не должно превышать 2 °С.

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготавливают поверяемый генератор к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации (далее – РЭ).

5.2 Выдерживают стандартные образцы состава в баллонах под давлением в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, средства поверки – в течение 2 ч.

5.3 Проверяют наличие паспортов и сроки годности стандартных образцов состава в баллонах под давлением, срок действия свидетельств о поверке на средства поверки.

5.4 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5.5 Подготовить к работе ГЭТ 154-2016 в соответствии с Хд 1.456.446РЭ, Хд 1.456.447РЭ, Хд 1.456.448РЭ перед выполнением работ по передаче единицы.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого генератора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- маркировка и комплектность, соответствующая указаниям РЭ;
- четкость надписей на панелях.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если генератор соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

Проверка давления воздуха на выходе генератора.

Проверку давления воздуха на выходе генератора проводят с помощью расходомера РГТ и манометра эталонного МО в следующей последовательности:

1) к выходному штуцеру генератора через тройник подсоединяют эталонный манометр, вентиль точной регулировки (в открытом режиме) и расходомер;

2) с помощью вентиля точной регулировки ВТР-1, контролируя по расходомеру, устанавливают расход воздуха 15 дм³/мин для модификации НВ-2000-1 и 5 дм³/мин для модификаций НВ-2000-2 и НВ-2000-3.

3) с помощью эталонного манометра проверяют соответствие давления воздуха диапазону (0,23 ± 0,02) МПа для модификации НВ-2000-1 и (0,20 ± 0,02) МПа для модификаций НВ-2000-2 и НВ-2000-3.

6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генератора.

6.3.1.1 На вход газоанализаторов-компараторов, входящих в состав комплексов ГЭТ 154-2016, подают синтетический воздух с суммарным содержанием примесей не более $0,1 \text{ млн}^{-1}$ (ГСО 10768-2016) и проводят отсчет показаний по цифровому индикатору (X_2 в млн^{-1}).

6.3.1.2 С помощью генератора газовых смесей ГГС-03-03 (входящего в состав ГЭТ 154-2016) и стандартных образцов состава ГС CH_4 , CO , SO_2 , H_2S , NO , NO_2 , CO_2 , NH_3 , CH_2O , CS_2 в баллонах под давлением и комбинированной установки на озон (входящей в состав ГЭТ 154-2016) приготавливают газовые смеси с объемной долей компонентов: 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 $0,05 \text{ млн}^{-1}$, CO_2 1000 млн^{-1} , NH_3 30 млн^{-1} , CH_2O $0,4 \text{ млн}^{-1}$, CS_2 3 млн^{-1} . В качестве газа-разбавителя используют воздух с выхода поверяемого генератора.

6.3.1.3 Полученную газовую смесь закачивают в пробоотборный пакет. Объем закаченной пробы должен быть не менее 50 дм^3 . Затем подключают пробоотборный пакет ко входу воздуха поверяемого генератора.

6.3.1.4 Нулевой воздух с выхода генератора подают на вход газоанализаторов-компараторов и проводят отсчет показаний по цифровому индикатору приборов (X_2 в млн^{-1}).

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

$$(X_{\text{ИЗМ}} + \frac{\Delta_0 \cdot X_{\text{ИЗМ}}}{100}) < X \quad (6.1)$$

где X – нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе, приведенное в таблице А.1 (Приложение А), млн^{-1} .

Δ_0 – границы относительной погрешности измерений объемной доли примеси в нулевом воздухе на выходе генератора (при $P = 0,95$) при его исследованиях на комплексах, входящих в состав ГЭТ 154-2016, %.

$X_{\text{ИЗМ}}$ – значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, млн^{-1} , рассчитанное по формуле:

$$X_{\text{ИЗМ}} = X_2 - X_3 \quad (6.2)$$

6.3.2 Определение абсолютной погрешности поддержания давления в течение 8 ч непрерывной работы генератора.

6.3.2.1 К выходному штуцеру генератора через тройник подсоединяют эталонный манометр и устанавливают давление, равное $(0,23 \pm 0,02) \text{ МПа}$ для модификации НВ-2000-1 и $(0,20 \pm 0,02) \text{ МПа}$ для модификаций НВ-2000-2 и НВ-2000-3.

6.3.2.2 Показания по эталонному манометру измеряют в течение 8 ч через каждые 2 ч.

6.3.2.3 Абсолютную погрешность поддержания давления рассчитывают по формуле:

$$\Delta P = P_{\text{max}} - P_{\text{min}} \quad (6.3)$$

Результаты поверки считаются положительными, если полученное значение ΔP не превышает $\pm 0,02 \text{ МПа}$.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки генераторов составляется протокол поверки. Форма рекомендуемого протокола приведена в Приложении Б.

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

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 генераторов запрещается и выдается извещение о непригодности.

7.5. Знак поверки наносится на лицевую панель генератора.

Приложение А
(обязательное)

Таблица А.1 – Метрологические характеристики генераторов нулевого воздуха – рабочих эталонов 1-го разряда НВ-2000.

Определяемая примесь в нулевом воздухе на выходе генератора.	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе, X, млн ⁻¹ , не более
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)	0,1
Диоксид углерода (CO ₂)	1,0 (для модификации НВ-2000-1)
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	0,1 (для модификации НВ-2000-1)
Формальдегид (CH ₂ O)	0,0005
Серосодержащие соединения (меркаптаны, диметилсульфид, сероуглерод, и др.)	0,0005

$$1. X = X_{изм} + \frac{\Delta_0 \cdot X_{изм}}{100}$$

Где: $X_{изм}$ – наибольшее допускаемое значение объемной доли примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, млн⁻¹

Δ_0 – границы относительной погрешности измерений объемной доли примеси в нулевом воздухе на выходе генератора (при P=0,95) при его исследованиях на комплексах эталонной аппаратуры, входящих в состав ГЭТ 154-2016, %.

2. Объемная доля 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».

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Наименование: генератор нулевого воздуха – рабочий эталон 1-го разряда НВ-2000

Модификация: _____

Владелец _____

Зав. № _____

Год выпуска _____

Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений: _____

Наименование нормативного документа по поверке : _____

Основные средства поверки: _____

Вид поверки (первичная/периодическая) _____

Дата поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающей среды °С;

относительная влажность воздуха %;

атмосферное давление кПа

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования _____

3 Определение метрологических характеристик.

3.1 Определение объемной доли примесей в нулевом воздухе на выходе генератора

Определяемая примесь	Объемная доля определяемой примеси на входе генератора, млн ⁻¹	Показания газоанализатора - компаратора при подаче воздуха с выхода генератора, X _э , млн ⁻¹	Показания газоанализатора - компаратора при подаче синтетического воздуха, X _э , млн ⁻¹	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, X, 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 ₂ S)	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)	17				0,1

Определяемая примесь	Объемная доля определяемой примеси на входе генератора, млн ⁻¹	Показания газоанализатора - компаратора при подаче воздуха с выхода генератора, X ₂ , млн ⁻¹	Показания газоанализатора - компаратора при подаче синтетического воздуха, X ₃ , млн ⁻¹	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, X, млн ⁻¹	Нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, не более, X, млн ⁻¹
Диоксид углерода (CO ₂)	1000				1,0 (для модификации НВ-2000-1)
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	600				0,1 (для модификации НВ-2000-1)
Формальдегид (CH ₂ O)	0,4				0,0005
Серосодержащие соединения (меркаптаны, диметилсульфид, сероуглерод, и др.)	3				0,0005

3.2 Определение абсолютной погрешности поддержания давления на выходе генератора за 8 часов непрерывной работы _____.

4 Заключение _____

Поверитель _____