

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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

«26» июля 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Сигнализаторы аэрозолей кислоты и щелочи ГРАНТ-КЩ

Методика поверки

МП-242-2499-2022

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

А.В. Колобова

«26» июля 2022 г.

Инженер

М.Ю. Горбунов

«26» июля 2022 г.

Санкт-Петербург
2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на сигнализаторы аэрозолей кислоты и щелочи ГРАНТ-КЩ (далее – сигнализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах 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, подтверждающая прослеживаемость к Государственному первичному эталону ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом или эталоном.

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 Опробование	Да	Да	8
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	Да	Да	9
4 Определение метрологических характеристик	Да	Да	10
5 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	Да	Да	11

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 соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность окружающей среды, % не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 98 до 104,6.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с сигнализаторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-81, Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, эксплуатационной документацией на сигнализаторы, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<p>п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений</p> <p>п. 10 Определение метрологических характеристик</p>	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +10 до +30 °С, с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %; средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 110 кПа, с абсолютной погрешностью не более ± 1 кПа</p>	<p>Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13</p>
<p>п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений</p> <p>п. 10 Определение метрологических характеристик</p>	<p>Ротаметр, верхний предел измерений от 0,5 до 4,0 дм³/мин *</p> <p>Трубка фторопластовая с внешним диаметром 8 мм *</p> <p>Трубка силиконовая с внутренним диаметром 7 мм *</p> <p>Тройник для подсоединения трубок силиконовых с внутренним диаметром 7 мм *</p> <p>Азот газообразный или синтетический воздух в баллоне под давлением *</p> <p>Вентиль точной регулировки расхода для установки на баллон *</p>	<p>Ротаметр типа РМ по ГОСТ 13045-81</p> <p>Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87</p> <p>Трубка силиконовая с внутренним диаметром 7 мм</p> <p>Тройник фторопластовый со штуцерами диаметром 8 мм</p> <p>Азот газообразный О.ч., сорт 2 по ГОСТ 9293-74 или ГСО 10532-2014 (кислород – азот)</p> <p>Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см²</p>

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10 Определение метрологических характеристик	<p>Генераторы аэрозолей, предназначенные для воспроизведения и передачи единицы массовой концентрации аэрозолей серной кислоты и гидроксида натрия в воздухе (азоте) - рабочие эталоны 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.</p> <p>Пределы допускаемой относительной погрешности заданного значения массовой концентрации целевого компонента в аэрозоле на выходе генератора $\pm 10\%$</p>	<p>Генератор аэрозолей ГРАНТ-А модификаций ГРАНТ-А (H₂SO₄) и ГРАНТ-А (NaOH), рег. № 82815-21</p>
	Средства измерений в соответствии с МИ-МКА-02-2020 (регистрационный номер ФР-131.2020.37626 в ФИФ) ¹⁾	-
	Средство измерений силы постоянного тока в диапазоне от 0 до 20 мА, единица младшего разряда (е.м.р) 0,01 мА, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений $\pm(0,01 \cdot I + 2e.м.р)$ мА	Мультиметр цифровой RGK DM10, рег. № 81409-21
<p>¹⁾ Средства измерений применяются в соответствии с Руководством по эксплуатации генераторов аэрозолей ГРАНТ-А.</p>		

5.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых сигнализаторов с требуемой точностью. Отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в аэрозоле, приведенной в Приложении А, к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого сигнализатора, должно быть не более 1/2).

5.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком «*» должны быть поверены, газовые смеси и чистые газы в баллонах под давлением – иметь действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Концентрации 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 газами в баллонах под давлением соблюдают требования Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопас-

ности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденных приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 года № 536.

6.5 Не допускается сбрасывать ГС в атмосферу рабочих помещений.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре сигнализатора, 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 сигнализатор.

7.3 Для сигнализатора должны быть установлены:

- исправность органов управления, настройки и коррекции;
- четкость всех надписей;

7.4 Сигнализатор считается выдержавшей внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Выдержать сигнализаторы в помещении, где проводится поверка, в течение не менее двух часов. Провести контроль условий поверки на соответствие разделу 3 настоящей методики.

Подготовить к работе эталонные и вспомогательные средства в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

Подготовить сигнализаторы к работе в соответствии с технической документацией.

Подключить средство измерений силы постоянного тока (амперметр) к аналоговому токовому выходу сигнализатора в соответствии с технической документацией.

Подачу аэрозолей от генераторов ГРАНТ-А необходимо производить по схеме, приведенной на рисунке В.1 Приложения В. Для этого подключить выход генератора ко входу сигнализатора с помощью трубок. Установить тройник перед входом газа разбавителя в генератор и подавать газ разбавитель с объемным расходом более 3,0 дм³/мин. Прокачка аэрозоля от генератора в блок измерительный сигнализатора должна происходить за счет блока пневматического. Избыток газа-разбавителя контролировать ротаметром.

8.2 Опробование сигнализатора заключается в проверке общего функционирования.

8.2.1 При проведении проверки общего функционирования необходимо запустить сигнализатор в работу в соответствии с РЭ и в течении трёх циклов измерений визуально контролировать наличие набора воды, перемешивания и слива раствора. Проверить расход воздуха на ротаметре блока пневматического.

Результаты проверки считаются положительными, если сигнализатор работает в штатном режиме.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Операция подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) заключается в визуальной проверке целостности пломбировки блока согласования и блока управления.

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО считается положительным, если пломбировка блоков согласования и управления не нарушена и соответствует рисункам 1 и 2.

Место ограничения доступа с помощью мастичной пломбы

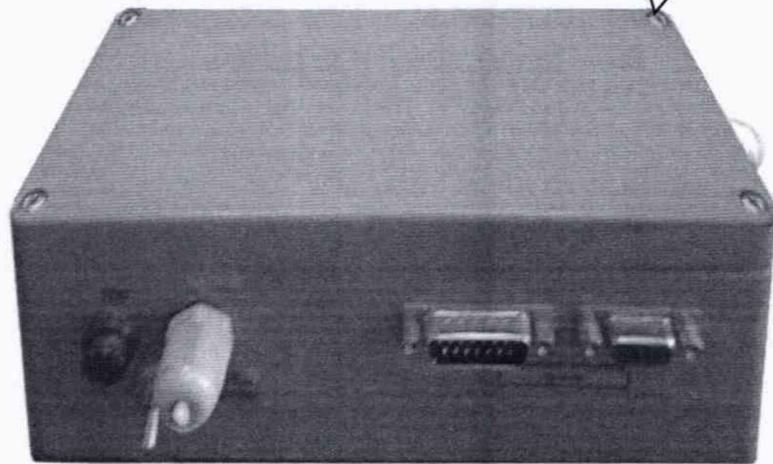


Рисунок 1 – Схема пломбировки блока управления

Место ограничения доступа с помощью мастичной пломбы

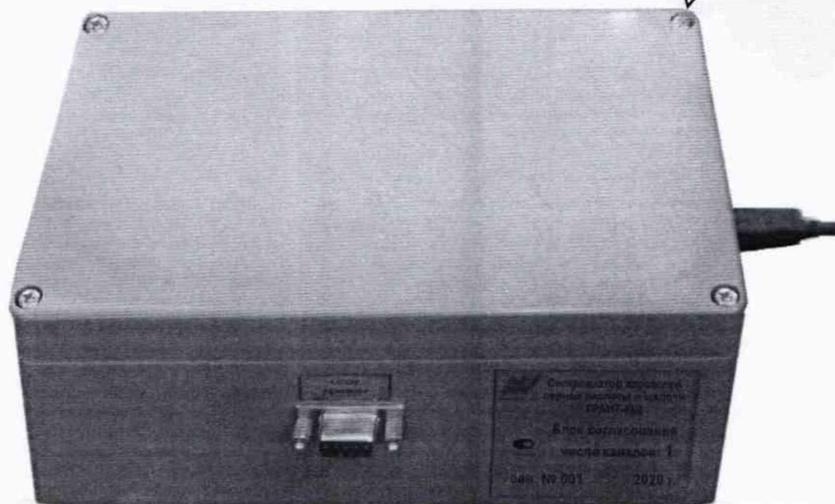


Рисунок 2 – Схема пломбировки блока согласования

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение метрологических характеристик заключается в определении основной относительной погрешности сигнализатора и проводится с использованием аэрозолей, создаваемых генераторами аэрозолей ГРАНТ-А, модификаций ГРАНТ-А (H_2SO_4) для сигнализаторов модификаций ГРАНТ-КС и ГРАНТ-А (NaOH) для сигнализаторов модификаций ГРАНТ-Щ. Номинальные значения массовых концентраций аэрозолей определяемых компонентов (mg/m^3), приведены в Таблице А.1 Приложения А. Действительные значения массовой концентрации аэрозолей серной кислоты и гидроксида натрия ($C_0, mg/m^3$) определяют по методике измерений МИ-МКА-02-2020 «Методика измерений массовой концентрации аэрозолей серной кислоты и гидроксида натрия в воздухе (азоте) титриметрическим методом» (далее – МИ), рег. № ФР-131.2020.37626.

10.2 Подавать аэрозоли от генераторов ГРАНТ-А на вход сигнализатора в последовательности №№ 1-2 в соответствии с таблицей А.1 Приложения А. Значение массовой концентрации аэрозоля № 2 должно соответствовать заданному значению второго порога срабатывания сигнализации в соответствии с паспортом на данный сигнализатор. Перед подачей проводить измерение действительного значения массовой концентрации аэрозолей определяемого компонента на выходе генератора ГРАНТ-А ($C_0, mg/m^3$) в соответствии с МИ. После измерений по МИ подать аэрозоль на сигнализатор в соответствии с п. 8.1 и запустить цикл измерений сигнализатора.

После окончания цикла измерений считывать показания с амперметра, подключенного к аналоговому токовому выходу сигнализатора. Измеренные значения массовой концентрации $C_i, mg/m^3$ рассчитывают по формуле

$$C_i = \frac{C_B}{16} \cdot (I_i - 4), \quad (1)$$

где

I_i – установившееся значение выходного токового сигнала при подаче i -ой ГС, мА;

C_B – верхний предел диапазона заданий значения второго порога срабатывания сигнализации, массовая концентрация, mg/m^3 .

Значения основной относительной погрешности сигнализатора ($\delta, \%$) рассчитываются по формуле

$$\delta = \frac{C_i - C_0}{C_0} \cdot 100 \quad (2)$$

где

C_0 – действительное значение массовой концентрации аэрозолей определяемого компонента на выходе генератора ГРАНТ-А, определенное по МИ, mg/m^3 ;

10.3 Результаты считаются положительными, если полученные значения основной относительной погрешности сигнализатора для каждой точки поверки не превышают значения, приведенные в таблице Б.1. Приложения Б.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Сигнализатор признают соответствующим метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, а результаты проверок по пп. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа сигнализаторов.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Г.

12.2 Сигнализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца сигнализатора выдают свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

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

Приложение А.
(обязательное)

Аэрозоли, используемые при поверке сигнализаторов

Таблица А.1 – Аэрозоли, используемые при поверке сигнализаторов

Модификация сигнализаторов (Определяемый компонент)	Номинальное значение массовой концентрации аэрозолей определяемого компонента, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³							Источник получения
	№1	№2						
		№2.1	№2.2	№2.3	№2.4	№2.5	№2.6	
ГРАНТ-КС (H ₂ SO ₄)	1,0±0,1	2,0±0,2	5,0±0,5	8,0±0,8	10,0±1,0	-	-	Генератор аэрозолей ГРАНТ-А, модификации ГРАНТ-А (H ₂ SO ₄)
ГРАНТ-Щ (NaOH)	0,5±0,05	1,0±0,1	2,0±0,2	4,0±0,4	5,0±0,5	8,0±0,8	10,0±1,0	Генератор аэрозолей ГРАНТ-А, модификации ГРАНТ-А (NaOH)

¹⁾ Значение массовой концентрации аэрозоля № 2 должно соответствовать заданному значению второго порога срабатывания сигнализации в соответствии с паспортом на данный сигнализатор и выбирается из ряда значений 2.1 – 2.6.

Приложение Б.
(обязательное)
Метрологические характеристики сигнализаторов

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики сигнализаторов

Наименование характеристики	Значение	
	ГРАНТ-КС (H ₂ SO ₄)	ГРАНТ-Щ (NaOH)
Номинальное значение первого порога срабатывания сигнализации, массовая концентрация аэрозолей, мг/м ³	1,0	0,5
Диапазон заданий значения второго порога срабатывания сигнализации ¹⁾ , массовая концентрация аэрозолей, мг/м ³	от 2 до 10	от 1 до 10
Пределы допускаемой относительной погрешности сигнализатора, %	±25	±25
<p>¹⁾ Второй порог срабатывания аварийной сигнализации устанавливается изготовителем при заказе из ряда значений: 2, 5, 8, 10 мг/м³ для ГРАНТ-КС и 1, 2, 4, 5, 8, 10 мг/м³ для ГРАНТ-Щ.</p>		

Приложение В.
(обязательное)
Схема подачи аэрозолей

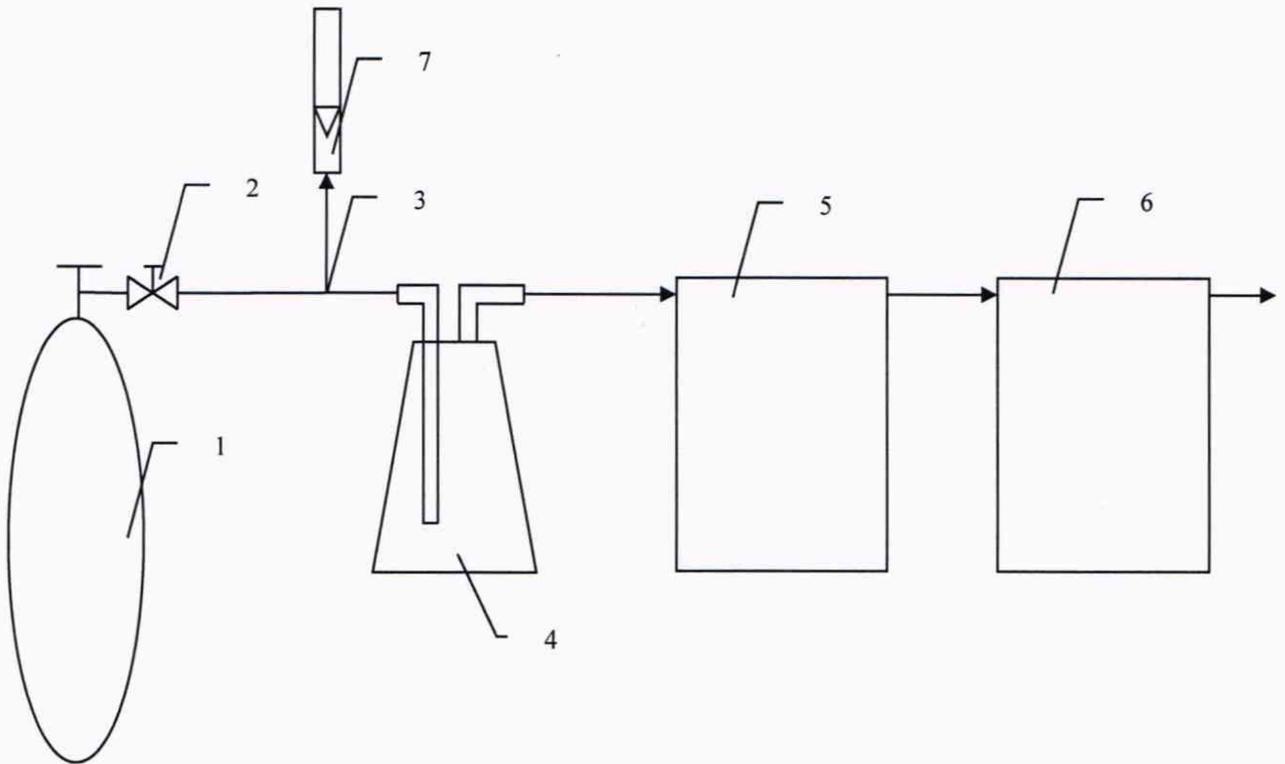


Рисунок В. 1 – Схема подачи аэрозолей

1 – источник газа – разбавителя (азот или воздух); 2 – вентиль точной регулировки расхода;
3 – тройник; 4 – источник формирования аэрозоля генератора ГРАНТ-А; 5 – блок измерительный сигнализатора; 6 – блок пневматический сигнализатора; 7 – ротаметр

Приложение Г
(рекомендуемое)
Рекомендуемая форма протокола поверки
Протокол поверки
от _____
(дата 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, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Средства поверки

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

Внешний осмотр средства измерений

(результаты внешнего осмотра средства измерений)

Подготовка к поверке и опробование средства измерений

(результаты подготовки к поверке и опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений

(результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик средства измерений

(результаты определения метрологических характеристик средства измерений)