

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Н.И. Ханов

«27» марта 2015 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы нулевого воздуха ZAG 7001 - рабочие эталоны 1-го разряда

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

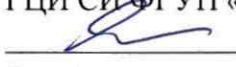
МП-242-1875-2015

1.р. 61769-15

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

«» 2015 г. Л.А. Конопелько

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

«» 2015 г. Н.Б. Шор

Санкт-Петербург
2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы нулевого воздуха ZAG 7001 - рабочие эталоны 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578-2008 (далее – генераторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

В соответствии с данной методикой поверки осуществляется передача единицы объемной (молярной) доли или массовой концентрации от Государственного первичного эталона (ГПЭ) ГЭТ 154-2011 к генераторам нулевого воздуха ZAG 7001.

Интервал между поверками один год.

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		
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
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
3.3 Определение значения температуры точки росы на выходе генератора	6.3.3	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
1	2
6.2., 6.3.2	Расходомер-счетчик газа РГТ модели РГТ-6 по ШДЕК.421322.002 ТУ, диапазон измерений объемного расхода газа (5 - 50) дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерения объемного расхода газа: $\pm 1\%$ (№ 51713-12 в Госреестре РФ)
	Манометр эталонный МО-160-0,1 МПа-0,4 по ТУ25-05-1664-74.
	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм.

Продолжение таблицы 2.

1	2
6.2., 6.3.2.	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ 6-01-2-120-73, 6×1,5 мм. Тройник со штуцерами на трубки 4×1,5 и 6×1,5 мм.
6.3.1	Комплексы, входящие в состав, ГПЭ ГЭТ 154-2011 единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах: Хд 1.456.444, Хд 1.456.446, Хд 1.456.448. Поверочный нулевой газ (ПНГ) – гелий газообразный высокой чистоты, марка 7.0 по ТУ 0271-001-45905715-02. Стандартный образец состава: газовая смесь (ГС) O ₂ /He в баллоне под давлением по ТУ 6-16-2956-92. Генератор газовых смесей ГГС-03-03 по ШДЕК.418313.001 ТУ (№ 46598-11 в Госреестре РФ) в комплекте со стандартными образцами состава: газовые смеси NH ₃ /N ₂ , NO ₂ /N ₂ , NO/N ₂ , H ₂ S/N ₂ , SO ₂ /N ₂ , CO/N ₂ , CH ₄ /N ₂ , CS ₂ /N ₂ , CH ₂ O/N ₂ в баллонах под давлением по ТУ 6-16-2956-92.
6.3.2	Часы 60ЧП по ТУ 25-07-1042-83
6.3.3	Измеритель влажности газов ИВГ-1 (№ 15501-12 в Госреестре РФ), диапазон измерений температуры точки росы от -80 до 0 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 2 °С.
6	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп» по ТУ 43 1110 – 002 -18446736 – 05, диапазон измерений относительной влажности от 3 до 98 %, относительная погрешность ± 3 %, диапазон измерений температуры от минус 10 °С до плюс 50 °С, абсолютная погрешность ± 0,2 °С, диапазон измерений давления в воздухе от 80 до 110 кПа.

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, 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 При монтаже и работе с приборами должны соблюдаться требования «Правил технической эксплуатации электроустановок» и «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные органами Госэнергонадзора.

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

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

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, % от 30 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 эталонные комплексы, входящие в состав ГПЭ ГЭТ 154-2011, в соответствии с Хд 1.456.444РЭ, Хд 1.456.446РЭ, Хд 1.456.448РЭ перед выполнением работ по передаче единицы.

При подготовке к работе эталонных комплексов проводят следующие операции:

1) Включение, прогрев и проведение предварительных тестовых настроек генератора газовых смесей ГГС-03-03 и газоанализаторов-компараторов, входящих в состав эталонных комплексов, а также подготовка и подключение баллона с поверочным нулевым газом - гелием газообразным высокой чистоты, марка 7.0 по ТУ 0271-001-45905715-02.

2) Вывод на режим генератора газовых смесей ГГС-03-03 по расходу.

3) Определение погрешности установления расхода газа-разбавителя и исходного газа в генераторе газовых смесей ГГС-03-03.

4) Определение случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение - СКО) газоанализаторов-компараторов.

5.6 Пересчет массовой концентрации C , мг/м³, в объемную (молярную) долю X , млн⁻¹, проводят по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_m}{M} \quad (5.1)$$

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 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 тонкой регулировки, контролируя по расходомеру, устанавливают расход воздуха $15 \text{ дм}^3/\text{мин}$;
- 3) с помощью эталонного манометра проверяют соответствие давления воздуха диапазону $(210 \pm 25) \text{ кПа}$.

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 154-2011, подают поверочный нулевой газ (ПНГ) – гелий газообразный высокой чистоты и проводят отсчет показаний по цифровому индикатору (X , в млн^{-1}).

6.3.1.2 На вход поверяемого генератора последовательно подают ГС, приготовленные с помощью генератора газовых смесей ГГС-03-03 и стандартных образцов состава ГС NH_3/N_2 , NO_2/N_2 , NO/N_2 , $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$, SO_2/N_2 , CO/N_2 , CH_4/N_2 , CS_2/N_2 , $\text{CH}_2\text{O}/\text{N}_2$ в баллонах под давлением по ТУ 6-16-2956-92 и комбинированной установки на озон, входящей в состав ГЭТ 154. В качестве газа-разбавителя для всех компонентов (кроме H_2S и NH_3) используют ПНГ – гелий газообразный высокой чистоты, для H_2S и NH_3 — стандартный образец состава ГС O_2/He с содержанием кислорода до 20 % (об.).

Объемная доля компонентов в ГС должна соответствовать следующим значениям: CH_4 : 600 млн^{-1} , CO : 17 млн^{-1} , SO_2 : 4 млн^{-1} , H_2S : 7 млн^{-1} , NO : 4 млн^{-1} , NO_2 : 1 млн^{-1} , NH_3 : 30 млн^{-1} , O_3 : $0,05 \text{ млн}^{-1}$, CS_2 : 3 млн^{-1} , CH_2O : $0,4 \text{ млн}^{-1}$.

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

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

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

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 $P = 0,99$) при его исследованиях на комплексах, входящих в состав ГЭТ 154-2011, %.

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

$$X_{изм} = X_c - X_s \quad (6.2)$$

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 (210 ± 25) кПа.

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:

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

Результаты поверки считаются положительными, если полученное значение ΔP не превышает ± 25 кПа.

6.3.3 Определение значения температуры точки росы на выходе генератора

Определение значения температуры точки росы на выходе генератора определяется следующим образом:

- к выходу генератора подключают измеритель влажности ИВГ-1 и подают нулевой воздух с генератора;

- после установления стабильных показаний измерителя влажности фиксируют 3 – 5 результатов измерений по шкале измерений температуры точки росы.

Результаты поверки считаются положительными, если среднее арифметическое результатов измерения температуры точки росы соответствует (минус 30 ± 5) °С при расходе (от 10 до 15) дм³/мин или (минус 10 ± 5) °С при расходе до 10 дм³/мин.

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 оформляют свидетельством о поверке установленной формы согласно ПР 50.2.006-94.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А.

Таблица А.1. Метрологические характеристики генераторов нулевого воздуха ZAG 7001 - рабочих эталонов 1-го разряда.

Определяемая примесь в нулевом воздухе на выходе генератора	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе, $X^{1)}$, млн ⁻¹
Диоксид серы (SO ₂)	не более 0,0005
Сероводород (H ₂ S)	не более 0,0005
Оксид азота (NO)	не более 0,0005
Диоксид азота (NO ₂)	не более 0,0005
Озон (O ₃)	не более 0,0005
Аммиак (NH ₃)	не более 0,005
Оксид углерода (CO)	не более 0,025
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	не более 0,05
Формальдегид (CH ₂ O)	не более 0,004
Серосодержащие соединения (метилмеркаптан, этилмеркаптан, диметилсульфид, сероуглерод, диэтилсульфид, диметилдисульфид)	не более 0,005
Примечания: 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 при его исследованиях, млн⁻¹; Δ_0 - границы относительной погрешности измерений объемной доли примеси в нулевом воздухе на выходе генератора (при P = 0,99) при его исследованиях на комплексах эталонной аппаратуры, входящих в состав ГЭТ 154-2011, %. 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.

Форма протокола поверки
генераторов нулевого воздуха ZAG 7001 - рабочих эталонов 1-го разряда

Заводской номер _____

Принадлежит _____

Дата поверки _____

Поверено в соответствии с документом МП-242-1875-2015 «Генераторы нулевого воздуха ZAG 7001 - рабочие эталоны 1-го разряда. Методика поверки».

Основные средства поверки: _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____

- атмосферное давление _____

- относительная влажность воздуха _____

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.

№ п/п	Определяемая примесь	Объемная доля определяемой примеси на входе генератора, млн ⁻¹	Показания газоанализа- тора - компаратора при подаче воздуха с выхода генератора, X_0 , млн ⁻¹	Показания газоанализа- тора – компа- ратора при подаче гелия, X_0 , млн ⁻¹	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воз- духе на выходе генератора, $X_{изм}$, млн ⁻¹	Нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, не более, X , млн ⁻¹
1	2	3	4	5	6	7
1	Оксид азота (NO)	4				0,0005
2	Диоксид азота (NO ₂)	1				0,0005
3	Аммиак (NH ₃)	30				0,005
4	Диоксид серы (SO ₂)	4				0,0005
5	Сероводород (H ₂ S)	7				0,0005
6	Оксид углерода (CO)	17				0,025
7	Озон (O ₃)	0,05				0,0005

1	2	3	4	5	6	7
8	Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	600				0,020
9	Формальдегид (CH ₂ O)	0,4				0,004
10	Сероуглерод (CS ₂)	3				0,005

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

3.3 Определение значения температуры точки росы на выходе генератора_____.

Заключение_____.

Поверитель_____.