

"УТВЕРЖДАЮ"

Руководитель ГЦИ СИ ФГУН "ВНИИМС"

В.Н. Яншин

"26" 04

2011 г.

ИНСТРУКЦИЯ

**Анализаторы микропримесей азота в аргоне
"SERVOPRO Plasma k2001"**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Москва

2011 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы микропримесей азота в аргоне "SERVOPRO Plasma k2001" и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ, периодической поверки в процессе эксплуатации и поверки после ремонта.

Межповерочный интервал – 3 года.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операций поверки при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.3	да	да
3.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3, 6.4	ГСО ПГС N ₂ /Ar: ГСО 3991-87, ГСО 3993-87, ГСО 3994-87, ГСО 3998-87 4000-87, 4002-87.	Диапазоны объемной доли определяемых компонентов: (2,0 – 90) млн ⁻¹ ; 0,050 % об. доли; 0,090 % об. доли; пределы допускаемой погрешности аттестации ± (0,4 – 5) млн ⁻¹ ; ± 0,003 % об. доли; ± 0,005 % об. доли
2.	4.1.	Термометр лабораторный ТЛ4	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 – 50)° С, цена деления 0,1° С
3.	4.1.	Барометр-анероид БАММ-1	ТУ 25-11-1316-76.
4.	4.1.	Термогигрометр ИВА-6АР	Диапазон измерения относительной влажности (10 – 100) %
5.	4.1.	Секундомер	Механический СОСпр
6.		Генератор газовых смесей ГГС-03-03	РЭ 154-1-4ГМ-10 "ВНИИМ им. Менделеева"
7.		Аргон высокой чистоты	ТУ 6-21-12-94 Объемная доля аргона 99,998 %. Объемная доля азота 0,001%
8.		Азот особой чистоты	ГОСТ 9293-74 Объемная доля азота 99,999 %.

2.2. Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице 2, при условии сохранения класса точности и пределов измерений.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО-ПГС – действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. К проведению поверки допускают лиц, достигших 18-летнего возраста, прошедших производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию газоанализатора, имеющих квалификацию обслуживающего персонала не ниже техника или слесаря КИП 5-го разряда, изучивших настоящую инструкцию, ознакомленные с руководством по эксплуатации.

3.2. Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Удовлетворять требованиям санитарных норм. Воздух рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005-88.

3.3. При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" ПБ 03-576-03, утвержденные Госгортехнадзором России.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5) °С;
- атмосферное давление (90,6 ÷ 104,8) кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха от 30 % до 80%.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- поверяемый анализатор должен быть подготовлен к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя;
- пригодность ГСО-ПГС в баллонах под давлением должна быть подтверждена паспортами на них;
- должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

5.2. Перед проведением поверки анализатор и ГСО-ПГС следует выдержать при условиях поверки не менее 8 часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления, настройки и коррекции;
- целостность ЖКИ дисплея;
- четкость всех надписей на кнопках управления и на лицевой панели;
- наличие эксплуатационной документации;
- наличие на анализаторе обозначения (наименования) и заводского номера.

6.1.2. Анализатор считается выдержавшими внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п. 6.1.1.

6.2. Опробование.

6.2.1. Подготовить анализатор к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя. Включить прибор. Через несколько секунд на дисплее должно появиться главное меню.

6.2.2. В течение не менее 30 с выполняется процедура поджига разряда. Если газовая цепь достаточно чистая, высокочастотный разряд зажигается и на экране появляется соответствующее сообщение.

6.2.3. Анализатор считается выдержавшими опробование, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.п. 6.2.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение основной приведенной погрешности газоанализатора

Определение основной приведенной погрешности проводится при поочередной подаче на вход анализатора ГСО ПГС в следующей последовательности: 1-2-3-2-1-3 (Приложение 1).

Значения основной приведенной погрешности (δ_0) для каждой точки, в ppm (млн^{-1}), рассчитывают по формуле:

$$\delta_0 = \frac{X - X_{д}}{X_B} \cdot 100 \quad (1)$$

где X – показания газоанализатора, объемная доля азота, млн^{-1} ;

$X_{д}$ – значение объемной доли азота, млн^{-1} , указанной в паспорте на ГСО-ПГС;

X_B – верхний предел поверяемого диапазона измерений объемной доли азота, млн^{-1} .

Результаты проверки считают удовлетворительными, если основная приведенная погрешность (δ_0) для каждой поверяемой точки в диапазоне (0 ... 10) млн^{-1} не превышает $\pm 15\%$, а свыше 10 млн^{-1} - не превышает $\pm 10\%$.

6.3.2. Определение вариаций показаний анализатора

Определение вариаций показаний газоанализатора допускается проводить одновременно с определением основной приведенной погрешности по п. 6.3.1.

Значение вариации показаний в долях от пределов основной приведенной погрешности для каждого диапазона измерений рассчитывают по формуле:

$$\sigma = \frac{X_B - X_M}{X_{д} \cdot \delta_0} \cdot 100 \quad (2)$$

где X_B – результат измерения объемной доли азота при подаче ПГС №2 при подходе со стороны больших значений, млн^{-1} ;

X_M – результат измерения объемной доли азота при подаче ПГС №2 при подходе со стороны меньших значений, млн^{-1} .

$X_{д}$ - значение объемной доли азота, % (или млн^{-1}), указанной в паспорте на ГСО;

Результат определения вариации показаний анализатора считают положительным, если значение вариации не превышает половины предела допускаемой основной приведенной погрешности.

7. Проведение поверки с применением рабочего эталона генератора газовых смесей ГГС-03-03.

7.1. Подготовить к работе анализатор и генератор газовых смесей согласно технической документации на них.

7.2. Подсоединить анализатор и баллоны с газами к ГГС-03-03 в соответствии с рис. 1

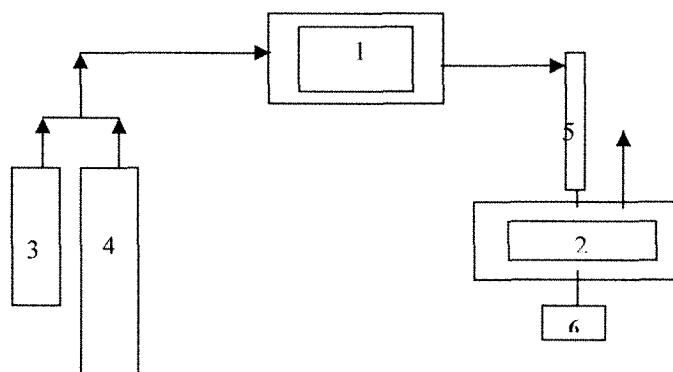


Рис. 1

1. Генератор газовых смесей ГГС-03-03.
2. Анализатор SERVOPRO Plasma k2001.
3. Баллон с аргоном высокой чистоты.
4. Баллон с азотом особой чистоты.
5. Предколонка доочистки аргона.
6. Персональный компьютер.

7.3. В течении 30 с продуть газовый тракт от газовых баллонов до входа газа в анализатор.

7.4. Продуть газовый тракт анализатора аргоном.

7.5. В главном меню анализатора перейти на операцию "ИЗМЕРЕНИЕ".

1. Шкала измерения – (0 - 100) млн⁻¹

Получить стабильные результаты измерения (изменения не более 5 единиц последнего разряда шкалы измерения).

2. Перейти на шкалу измерения – (0 – 1000) млн⁻¹.

7.6. Подать в систему азот высокой чистоты.

7.7. Установить общий расход газа 150 см³/мин.

Получить стабильные показания измерения.

Основную приведенную погрешность, в %, рассчитывают по формуле:

$$\gamma = \frac{C_i - C_0}{C_k} \cdot 100$$

где C_i – измеренное значение объемной доли определяемого компонента (микро- концентрация азота в аргоне), млн⁻¹

C_0 – действительное значение концентрации измеряемого компонента в ПГС, млн⁻¹

C_k – шкала измерения;

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении 2.

8.2. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством установленной формы.

8.3. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей МП, признаются годными.

8.4. Анализаторы не удовлетворяющие требованиям настоящей МП к эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

ФГУП «ВНИИМС»



Пебалк В.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Таблица ГСО ПГС N₂ / Ar по Ту 6-16-2956-92

Диапазон измерения микропримесей азота	№ ГСО	№ очередности подачи
(0 ÷ 10) млн ⁻¹	3991-87	1
	3992-87	2
	3993-87	3
(0 ÷ 100) млн ⁻¹	3994-87	1
	3996-87	2
	3998-87	3
(0 ÷ 1000) млн ⁻¹	4000-87	1
	4001-87	2
	4002-87	3

№ п/п	Номер ГСО	Компонентный состав	Размерность	Номинальное значение молярной / объемной доли X	Пределы допускаемого отклонения ± Δ	Пределы допускаемой относительной погрешности ± Δ ₀	Разряд	Номер сертификата (свидетельства) / срок действия
I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX
214	3989-87	He+воздух	%	90,5-95,0	5% отп.	0,08	1	0020 / 03.08.2014
215	3990-87	He+воздух	%	95,25-97,50	5% отп.	0,06	1	0021 / 03.08.2014
216	3991-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	2,0	0,6	13	2	0307 / 03.08.2014
217	3992-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	5,0	1,5	13	2	0308 / 03.08.2014
218	3993-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	7,5	2,0	13	2	0309 / 03.08.2014
219	3994-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	10,0-15,0	2,5	Δ ₀ = -0,4·X+16	2	0310 / 03.08.2014
220	3995-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	20	4	10	2	0311 / 03.08.2014
221	3996-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	30	6	10	2	0312 / 03.08.2014
222	3997-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	50-60	8	Δ ₀ = -0,1·X+11	2	0313 / 03.08.2014
223	3998-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	90	10	5	2	0314 / 03.08.2014
224	3999-87	N ₂ +Ar	млн ⁻¹	200	25	5	2	0315 / 03.08.2014
225	4000-87	N ₂ +Ar	%	0,050	0,005	5	2	0316 / 03.08.2014
226	4001-87	N ₂ +Ar	%	0,070	0,008	5	2	0317 / 03.08.2014
227	4002-87	N ₂ +Ar	%	0,090	0,010	5	2	0318 / 03.08.2014
228	4003-87	Ar+N ₂	%	4,0-6,0	0,5	Δ ₀ = -0,1·X+0,9	0	0319 / 03.08.2014
229	4004-87	Ar+N ₂	%	3,0-7,0	0,6	Δ ₀ = -0,4·X+5,6	2	0320 / 03.08.2014
230	4005-87	Ar+N ₂	%	8,0-19,0	1,0	Δ ₀ = -0,09·X+2,73	1	0321 / 03.08.2014
231	4006-87	Ar+N ₂	%	8,0-19,0	1,0	Δ ₀ = -0,009·X+0,373	0	0322 / 03.08.2014

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор микропримесей азота в аргоне

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
3. Результаты определения допустимой приведенной погрешности

Таблица

Определяемый компонент, параметр	Диапазон измерений	Предел допускаемой приведенной погрешности, %	Максимальное значение приведенной погрешности, полученное при поверке
		δ	δ
N ₂	(0 ... 10) млн ⁻¹	± 15	
	(0 ... 100) млн ⁻¹	± 10	

4. Результаты определения вариации показаний

Определяемый компонент, параметр	Диапазон измерений	Максимальное значение приведенной погрешности, полученное при поверке	Вариация показаний
		δ	σ
N ₂	(0 ... 10) млн ⁻¹	± 15	
	(0 ... 100) млн ⁻¹	± 10	

5. Заключение _____

Поверитель _____