

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

УТВЕРЖДАЮ

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



А.Н. Пронин

М.п.

11 октября 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы нулевого воздуха ZNV-7

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2183-2017

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

А.В. Колобова

" 08 " 12 2017 г.

Разработчик:
Научный сотрудник

Н.Б. Шор

" 08 " 12 2017 г.

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы нулевого воздуха ZNV-7(далее – генераторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и 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 154-2016 генераторам нулевого воздуха ZNV-7, и подтверждение соответствия генераторов обязательным метрологическим требованиям, предъявленным к рабочим эталонам 1-го разряда согласно ГОСТ 8.578-2014.

Интервал между поверками – один год.

Примечание: Допускается проведение периодической поверки по конкретным примесям 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		
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
6.2., 6.3.2	Расходомер-счетчик газа РГТ модели РГТ-6, диапазон измерений объемного расхода газа от 5 до 50 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 16 кг/см ² , класс точности-0,4 (регистрационный № 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 медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм. Тройник со штуцерами на трубки 4×1,5 и 6×1,5 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, содержащей инертный газ гелий (ИП-ВНИИМ-ЭС), ГСО 10768-2016
	Генератор газовых смесей ГГС-03-03 по ШДЕК.418313.001 ТУ (регистрационный № 46598-11) в комплекте со стандартными образцами состава ГС NO ₂ /N ₂ , NO/N ₂ , H ₂ S/N ₂ , SO ₂ /N ₂ , CO/N ₂ , O ₂ /N ₂ (ГСО 10546-2014), CH ₄ /N ₂ (ГСО 10531-2014) в баллонах под давлением
6.3.2	Секундомер электронный СЧЕТ-1М (регистрационный № 40929-09)
6.3.3	Измеритель влажности газов ИВГ-1 (регистрационный № 15501-12), диапазон измерений температуры точки росы от минус 80 до 0 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±2 °С.
6	Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный № 53505-13) – диапазон измерений температуры 10 °С – 30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 °С; – диапазон измерений относительной влажности 30 % – 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3 %; – диапазон измерений абсолютного давления 80 – 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности

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

3.4 При монтаже и работе с генератором необходимо соблюдать общие требования безопасности «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утверждённые приказом Минэнерго РФ № 6 от 13.01.2003, и «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утверждённые приказом Минтруда России № 328н от 24.07.2013, введённые 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 эталонные комплексы, входящие в состав ГПЭ ГЭТ 154-2016, в соответствии с Хд 1.456.446РЭ, Хд 1.456.447РЭ, Хд 1.456.448РЭ перед выполнением работ по передаче единицы.

При подготовке к работе комплексов проводят следующие операции:

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

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 20 дм³/мин;
- 3) с помощью эталонного манометра проверяют соответствие давления воздуха диапазону (210 ± 25) 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 154-2016, 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 NO₂/N₂, NO/N₂, H₂S/N₂, SO₂/N₂, CO/N₂, CH₄/N₂ в баллонах под давлением и комбинированной установки на озон, входящей в состав ГЭТ 154-2016. В качестве газоразбавителя для всех компонентов (кроме H₂S) используют ПНГ – гелий газообразный высокой чистоты, для H₂S — стандартный образец состава ГС O₂/He с содержанием кислорода до 20 % (об.).

Объемная доля компонентов в ГС должна соответствовать следующим значениям: CH₄: 600 млн⁻¹, CO: 17 млн⁻¹, SO₂: 4 млн⁻¹, H₂S: 7 млн⁻¹, NO: 4 млн⁻¹, NO₂: 1 млн⁻¹, O₃: 0,05 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:

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

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 154-2016, %.

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

$$X_{изм} = X_2 - X_3 \quad (6.2)$$

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 (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 от -35 до -25 (при расходе до 10 дм³/мин) или от -15 до -5 (при расходе от 10 до 15 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 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 ZNV-7

Определяемая примесь в нулевом воздухе на выходе генератора	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе, X ¹⁾ , 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
Сумма оксидов азота (NO _x)	0,0005
Озон (O ₃)	0,0005
Оксид углерода (CO)	0,025
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	0,02
<p>Примечания:</p> <p>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 = 0,95) при его исследованиях на комплексах эталонной аппаратуры, входящих в состав ГЭТ 154-2016, %.</p> <p>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».</p>	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Наименование генератора: _____
 Владелец _____
 Зав. № _____
 Дата 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 _г , млн ⁻¹	Показания газоанализатора - компаратора при подаче гелия, X _г , млн ⁻¹	Объемная доля определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, X _{изм} , млн ⁻¹	Нормированное значение объемной доли определяемой примеси в нулевом воздухе на выходе генератора, не более, X, млн ⁻¹
Оксид азота (NO)	4				0,0005
Диоксид азота (NO ₂)	1				0,0005
Диоксид серы (SO ₂)	4				0,0005
Сероводород (H ₂ S)	7				0,0005
Озон (O ₃)	0,05				0,0005
Оксид углерода (CO)	17				0,025
Углеводороды в пересчете на метан (CH ₄)	600				0,02

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 _____.

4 Заключение _____

Поверитель _____