

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

СОГЛАСОВАНО

И.о.генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н.Пронин



М.П. «01» шотч, 2021 г.

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Чекирда Константин Владимирович

Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы аэрозолей ГРАНТ-А

Методика поверки

МП-242-2401-2021

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

А.В.Колобова

Научный сотрудник

Н.Б. Шор

Санкт-Петербург

2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы аэрозолей ГРАНТ-А (далее – генератор), и устанавливает методы и средства его первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость генераторов к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовой и газоконденсатной средах ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки, – сличение поверяемого средства измерений с эталоном (без компаратора).

Методика предусматривает возможность проведения поверки на меньшем числе номинальных значений массовой концентрации аэрозолей в соответствии с заявлением владельца генератора с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки генераторов выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции	
		при первичной поверке	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Опробование	8.2		
2.1 Проверка общего функционирования	8.2.1	Да	Да
2.2 Проверка отклонения массовой концентрации от номинального значения	8.2.2	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	9		
3.1 Определение относительной погрешности	9.1	Да	Да
3.2 Определение относительного изменения массовой концентрации аэрозоля за 6 ч непрерывной работы	9.2	Да	Нет

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- диапазон температуры окружающей среды, °С

от 15 до 25;

- диапазон атмосферного давления, кПа

от 90,6 до 104,6;

- относительная влажность воздуха, %, не более

80

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с Приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 и приказом Минпромторга России от 31.08.2020 г. № 2510, документацией на генераторы, ГЭТ (правила хранения и применения, руководство по эксплуатации, методики измерений), имеющие квалификацию поверителя, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5 Метрологические требования к средствам поверки

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

Таблица 2

Номер пункта НД по поверке	Наименование основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
7-9	Прибор комбинированный для измерения температуры, относительной влажности воздуха и абсолютного давления Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13): диапазон измерений температуры от 10 °С до 30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %; диапазон измерений абсолютного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ кПа.
8.2.2. 9.1, 9.2	Стандартный образец состава раствора натрия гидроксида (ГСО 9100-2008), Стандарт-титр серной кислоты для приготовления раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм ³ , относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1\%$ при (P=0,95).
8.2.2. 9.1, 9.2	Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 Генератор нулевого воздуха ГНГ-01 (регистрационный номер 26765-15)

5.2 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, СО – действующие паспорта.

5.3 Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью (за исключением ГЭТ 154-2019).

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Все работы с генератором необходимо проводить в вытяжном шкафу.

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

6.4 При работе с генератором необходимо соблюдать «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.

6.5 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением 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.

6.6 К поверке допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на генератор и прошедшие необходимый инструктаж.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре генератора должно быть установлено отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность.

7.2 Комплектность и маркировка должны соответствовать указанным в Руководстве по эксплуатации.

7.3 Для средств измерений (СИ) должны быть установлены:

– исправность органов управления, настройки и коррекции;

– четкость всех надписей на лицевых панелях СИ;

– наличие знака утверждения типа на маркировочной табличке на боковой стенке генератора и на титульном листе Руководства по эксплуатации;

– наличие заводского номера на табличке, расположенной на боковой стенке генератора.

Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено.

7.4 Генератор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- подготавливают к работе генератор в соответствии с требованиями его эксплуатационной документации;

- подготавливают к работе средства поверки, указанные в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

- проверяют наличие паспортов и сроки годности СО и стандарт-титра;

- баллоны с азотом выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение не менее 24 ч;

- включают приточно-вытяжную вентиляцию;

- проверяют расход воздуха (азота) и допускаемое отклонение, который должен составлять $(3 \pm 0,2)$ дм³/мин, контроль расхода осуществляют при помощи ротаметра;

- проводят отбор аэрозоля в сосуд с поглотительным раствором в соответствии с МИ-МКА-02-2020 «Методика измерений массовой концентрации аэрозолей серной кислоты и гидроксида натрия в воздухе (азоте) титриметрическим методом».

8.2 Опробование

8.2.1 Проверка общего функционирования

Проверку общего функционирования генератора проводят в процессе тестирования при его запуске в соответствии с РЭ.

Результаты проверки считают положительными, если отсутствует информация об отказах блоков, входящих в состав генератора;

8.2.2 Проверка отклонения значений массовой концентрации от номинального значения

Проверка проводится сравнением значений массовой концентрации, приведенных в паспорте, и номинальных значений, приведенных в РЭ, таблица 1.

Результаты проверки считают положительными, если отклонение значений массовой концентрации, приведенных в паспорте, от номинальных значений не превышает значений, приведенных в РЭ.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1 Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности проводят с использованием ГЭТ 154-2019.

Средние арифметические значения массовой концентрации аэрозолей АСК (АГН) на выходе генераторов определяют в соответствии с МИ–МКА-02-2020 «Методика измерений массовой концентрации аэрозолей серной кислоты и гидроксида натрия в воздухе (азоте) титриметрическим методом» (далее – МИ) для концентраций, приведенных в паспорте на генератор для соответствующего положения переключателя блока БУ-7.

Параллельно измеряют значения массовой концентрации аэрозолей АСК (АГН) на ГЭТ.

По результатам измерений рассчитывают значения относительной погрешности (δ , в %) для каждой концентрации по формуле

$$\delta = \frac{C_i - C_\delta}{C_\delta} \cdot 100 \quad (9.1)$$

где:

C_i – значение концентрации, измеренное по МИ, мг/м³;

C_δ – действительное значение массовой концентрации, определенное при помощи ГЭТ мг/м³.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения погрешности не превышают пределов допускаемой относительной погрешности, равных $\pm 10\%$.

9.2 Определение относительного изменения массовой концентрации аэрозоля за 6 ч непрерывной работы

Определение относительного изменения массовой концентрации аэрозоля за 6 ч непрерывной работы проводится для одного значения концентрации, приведенного в паспорте на генератор каждые 3 часа с использованием МИ–МКА-02-2020.

Относительное изменение массовой концентрации аэрозоля за 6 ч непрерывной (r, в %) работы рассчитывают по формуле

$$r = \frac{C_n - C_{\max}}{C_{\max}} \cdot 100 \quad (9.2)$$

C_n – первоначальное измеренное значение концентрации, приведенное в паспорте на генератор, мг/м³;

C_{\max} – максимальное значение массовой концентрации за 6 ч непрерывное работы, мг/м³.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения относительного изменения массовой концентрации не превышают пределов, равных $\pm 3\%$.

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Критерии принятия решения о соответствии метрологических характеристик генераторов аэрозолей ГРАНТ-А обязательным метрологическим требованиям к рабочим эталонам 1-го разряда согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315.

Результаты определения погрешности генераторов считают положительными, если полученное значение погрешности соответствует обязательным метрологическим требованиям к рабочим эталонам 1-го разряда, установленным в Приказе Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315 (таблица А.1 Приложение А).

11 Оформление результатов поверки

11.1 Составляют протокол поверки по форме, приведенной в приложении Б.

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

11.3 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.

11.4 Нанесение знака поверки на средство измерений не предусмотрено.

Таблица А.1 – Требования к метрологическим характеристикам генераторов газовых смесей - рабочим эталонам 1-го разряда в соответствии с Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. №2315

Диапазон значений массовой концентрации, определяемого компонента, мг/м ³	Доверительные границы относительной погрешности $\pm\delta_0$, % (при P=0,95)
от $1 \cdot 10^{-6}$ до $2,0 \cdot 10^5$	от 13 до 3,0

Протокол поверки

Наименование СИ: _____
Зав. № _____
Дата выпуска _____
Регистрационный номер: _____
Заказчик: _____
Серия и номер клейма предыдущей поверки: _____
Дата предыдущей поверки: _____
Методика поверки: _____
Основные средства поверки: _____
Условия поверки:
температура окружающей среды °С
относительная влажность воздуха %
атмосферное давление кПа

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____
2 Результаты опробования _____
2.1 Проверка общего функционирования _____
2.2. Проверка отклонения
массовой концентрации от номинального значения _____
3 Результаты определение метрологических характеристик _____
3.1 Результаты определения относительной погрешности _____
3.2 Определение относительного изменения
массовой концентрации аэрозоля
за 6 ч непрерывной работы _____

Заключение: на основании результатов первичной (или периодической) поверки генератор признан соответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригоден к применению.

Поверитель: _____

Дата поверки: _____