

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Ханов Н.И.

«15» февраля 2013 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Рабочие эталоны 2-го разряда - генераторы аммиака ГЕА-01

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1507-2013

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


Л.А. Конопелько
«__» _____ 2013 г.

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


Н.Б. Шор
«__» _____ 2013 г.

Санкт-Петербург
2013

Настоящая методика поверки распространяется на рабочие эталоны 2-го разряда - генераторы аммиака ГЕА-01 (далее - генераторы) и устанавливает методы их первичной поверки при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номера пунктов методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2		
2.1. Прогрев и проверка общего функционирования	6.2.1	Да	Да
2.2 Проверка расхода ПГС на выходе генератора	6.2.2	Да	Да
2.3 Проверка нулевых показаний фотоионизационного детектора (ФИД)	6.2.3	Да	Да
2.4 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.4	Да	Нет
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
3.1 Определение относительной погрешности генератора	6.3.1	Да	Да
3.2. Определение относительной погрешности поддержания расхода	6.3.2	Да	Да
3.3 Определение коэффициента пересчета (К) концентрации изобутилена на аммиак.	6.3.3	Да	Да

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

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование основных и вспомогательных средств поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.2.2., 6.3.1.	Расходомер-счетчик газа РГС-1 ШДЕК.421322.001 ТУ, диапазон измерений от 0,2 до 2,0 дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности ± 1 %
6.2.3., 6.3.1., 6.3.2.	Генератор нулевого воздуха ГНГ-01 по ШДЕК.418312.001 ТУ (№ 26765-05 в Госреестре РФ)
6.3.1., 6.3.2.	Генератор газовых смесей ГГС-03-03 по ШДЕК. 418313.001 ТУ (№ 46598-11 в Госреестре РФ) в комплекте со стандартным образцом состава - газовая смесь NH ₃ /воздух (№ 7926-2001) по ТУ 6-16-2956-92 в баллоне под давлением, пределы допускаемой относительной погрешности генератора ± 5 %. Стандартный образец состава - газовая смесь i-C ₄ H ₈ /воздух (ГСО 9127-2008) по ТУ 6-16-2956-92 в баллонах под давлением, пределы допускаемой относительной погрешности ± 5 %. Характеристики поверочных газовых смесей (ПГС) приведены в Приложении 1.
4, 6	Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25011.1513.-79 (№ 5738-76 в Госреестре РФ), диапазон измеряемого атмосферного давления от 610 до 790 мм рт.ст., предел допускаемой погрешности ± 0,8 мм рт.ст., диапазон рабочих температур от 10 °С до 50 °С. Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90 (№ 303-91 в Госреестре РФ), диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С. Психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-1607.054-85 (№ 10069-85 в Госреестре РФ), диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус 10 °С до 30 °С.

2.2 Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, газовые смеси в баллонах под давлением - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны выполняться требования техники безопасности в соответствии с «Правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

3.3 Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляют: для NH_3 20 мг/м³.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 Поверка генераторов должна проводиться при соблюдении следующих условий:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха от 30 до 80 %;
- содержание примесей, к которым ФИД имеет чувствительность, в воздухе-разбавителе (воздух, очищенный при помощи фильтра) не более 0,1 мг/м³;
- содержание вредных веществ в окружающем воздухе, не более санитарных норм для воздуха рабочей зоны, установленных по ГОСТ 12.1.005-88.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) генераторы должны быть подготовлены к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации ЯРКГ.518400.015РЭ;

2) все средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них;

3) стандартные образцы состава - газовые смеси в баллонах под давлением должны быть выдержаны в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 часов;

5) пригодность стандартных образцов должна быть подтверждена паспортами на них;

6) должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

5.2 Перед проведением периодической поверки генераторов должны быть выполнены регламентные работы, предусмотренные в РЭ.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают отсутствие внешних повреждений (вмятин, нарушения покрытия, коррозионных пятен и других дефектов), влияющих на работоспособность генератора.

Результаты проверки считаются положительными, если генератор соответствует указанным выше требованиям.

6.2 Опробование.

6.2.1 Прогрев и проверка общего функционирования.

Проверку общего функционирования генератора проводят при его включении нажатием тумблера «Пит», расположенного на лицевой панели прибора, при этом происходит тестирование работоспособности светодиодов и сегментов индикатора.

Генератор прогревают в течение 30 мин. По истечении времени прогрева на передней панели прибора должен загореться зеленый светодиод.

Результаты проверки считаются положительными, если все технические тесты завершились успешно.

6.2.2 Проверка расхода газовой смеси на выходе генератора.

Проверку расхода ПГС на выходе генератора осуществляют с помощью расходомера-счетчика газа РГС-1. Измерение расхода проводят не менее 3-х раз и рассчитывают среднее арифметическое значение расхода.

Примечание: При измерениях расхода в емкости для водного раствора аммиака вместо раствора аммиака заливают дистиллированную воду.

Результаты проверки считаются положительными, если относительное отклонение измеренного значения расхода газовой смеси на выходе генератора не превышает 20 % от значения, указанного в паспорте на генератор.

6.2.3 Проверка нулевых показаний фотоионизационного детектора (ФИД).

Проверку нулевых показаний ФИД проводят путем подачи на вход фотоионизационного детектора воздуха от генератора нулевого воздуха ГНГ-01 (работа в режиме без осушки).

Результаты проверки считаются положительными, если показания индикатора прибора не превышают $0,1 \text{ мг/м}^3$.

6.2.4 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении наименования ПО, номера версии (идентификационного номера) ПО и цифрового идентификатора ПО (контрольная сумма исполняемого кода).

Идентификационные данные ПО генератора определяют при включении генератора - на индикаторе поочередно выводятся наименование ПО, номер версии и значение контрольной суммы.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа

средства измерений.

6.3 Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение относительной погрешности генератора.

Определение относительной погрешности генератора проводят в следующей последовательности:

6.3.1.1. Определение относительной погрешности фотоионизационного детектора (ФИД).

Определение относительной погрешности ФИД генератора проводят путем подачи ПГС на вход фотоионизационного детектора генератора. Источником получения ПГС является рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС-03-03 в комплекте со стандартным образцом состава - газовой смесью NH_3 /воздух по ТУ 6-16-2956-92 и газом-разбавителем – воздухом от генератора нулевого воздуха ГНГ-01 (работа в режиме без осушки).

ПГС подают в следующей последовательности 1 - 2 - 3 - 4 - 3 - 2 - 1 - 4. Номинальные значения массовой концентрации аммиака в газовых смесях на выходе генератора ГГС-03-03 и пределы допускаемого отклонения, мг/м^3 , приведены в Приложении 1.

Относительная погрешность ФИД (δ_i в %) для каждой ПГС рассчитывается по формуле:

$$\delta_i = \frac{C_i - C_\delta}{C_\delta} \cdot 100 \quad (1)$$

где

C_i – массовая концентрация аммиака, измеренная с помощью ФИД, мг/м^3 ;

C_δ - действительное значение массовой концентрации аммиака в ПГС, мг/м^3 .

6.3.1.2 Определение относительной погрешности поддержания расхода.

Определение относительной погрешности поддержания расхода газовой смеси на выходе генератора проводят при помощи расходомера счетчика газа РГС-1.

Измерение расхода проводят не менее 3-х раз через каждые 30 мин (в течение 2 ч непрерывной работы) и рассчитывают среднее арифметическое значение расхода ($Q_{cp(i)}$ в $\text{дм}^3/\text{мин}$).

Относительную погрешность поддержания расхода ($\delta_{Q(i)}$ в %) рассчитывают по формуле:

$$\delta_{Q(i)} = \frac{Q_{cp} - Q_{cp}}{Q_{cp}} \cdot 100 \quad (2)$$

где

Q_{cp} - среднее арифметическое значение расхода за 2 ч непрерывной работы генератора, $\text{дм}^3/\text{мин}$.

6.3.1.3 Определение относительной погрешности генератора.

Относительную погрешность генератора рассчитывают по формуле:

$$\delta = 1,1 \cdot \sqrt{\delta_{\phi}^2 + \delta_Q^2} \quad (3)$$

где δ_{ϕ} – максимальное значение относительной погрешности ФИД, полученное по п. 6.3.1.1.?, %, δ_Q – максимальное значение погрешности поддержания расхода, полученное по п. 6.3.1.2., %.

Результаты поверки считаются положительными, если полученное значение относительной погрешности не превышает 10 %.

6.3.3 Определение коэффициента пересчета (К) концентрации изобутилена на аммиак.

Определение коэффициента пересчета (К) концентрации изобутилена на аммиак проводят для поверяемого диапазона измерений при подаче на ФИД поверочных газовых смесей в следующей последовательности:

1) для аммиака:

- воздух от генератора нулевого воздуха ГНГ-01, ПГС № 4 - $\text{NH}_3/\text{воздух}$ (для диапазона $(10 - 800) \text{ мг/м}^3$;

- воздух от генератора нулевого воздуха ГНГ-01, ПГС № 3 - $\text{NH}_3/\text{воздух}$ (для диапазона $(10 - 2000) \text{ мг/м}^3$,

в соответствии с Приложением 1;

2) для изобутилена:

воздух от генератора нулевого воздуха ГНГ-01, ПГС № 5 — $i\text{-C}_4\text{H}_8/\text{воздух}$,

в соответствии с Приложением 1.

Отклонение от нулевых показаний при подаче воздуха от генератора ГНГ-01 должно быть не более $0,1 \text{ мг/м}^3$.

Оценку коэффициента пересчета для проверяемого диапазона измерений находят по формуле:

$$K_j = \frac{C_j^{i\text{-C}_4\text{H}_8}}{C_\delta^{i\text{-C}_4\text{H}_8}} \cdot \frac{C_\delta^{\text{NH}_3}}{C_j^{\text{NH}_3}} \quad (4)$$

где $C_j^{i\text{-C}_4\text{H}_8}$ - показания генератора при подаче ПГС № 5 ($i\text{-C}_4\text{H}_8/\text{воздух}$), мг/м^3 ;

$C_\delta^{i\text{-C}_4\text{H}_8}$ - действительное значение массовой концентрации изобутилена в ПГС № 5, мг/м^3 ; $C_j^{\text{NH}_3}$ - показания генератора при подаче ПГС № 3 (или № 4) $\text{NH}_3/\text{воздух}$, мг/м^3 ;

$C_\delta^{\text{NH}_3}$ - действительное значение массовой концентрации аммиака в ПГС № 3 (или № 4), мг/м^3 .

Цикл подачи ПГС «воздух от генератора ГНГ-01 – $\text{NH}_3/\text{воздух}$; воздух от генератора ГНГ-01 – $i\text{-C}_4\text{H}_8/\text{воздух}$ » повторяют 3 раза, рассчитывают среднее значение коэффициента пересчета K по формуле:

$$K = \frac{\sum_{j=1}^3 K_j}{3} \quad (5)$$

Относительное отклонение значений K_j от значения K не должно превышать 8 %.

Значение коэффициента пересчета для поверяемого диапазона измерений заносят в паспорт генератора, а также на обратную сторону свидетельства о поверке.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством установленной формы.

7.3. Генераторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.4. Генераторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки к эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

Перечень ПГС, используемые при поверке рабочих эталонов 2-ого разряда –
генераторов аммиака ГЕА-01

Диапазоны измерений (воспроизведения) массовой концентрации аммиака, мг/м ³	Номинальное значение массовой концентрации определяемого компонента в ПГС, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³					Источник получения ПГС
	ПГС №1	ПГС №2	ПГС №3	ПГС №4	ПГС №5	
10 – 800	25 ± 5	200 ± 20	400 ± 40	600 ± 60		Генератор ГГС-03-03 в комплекте с NH ₃ /воздух (ГСО 7926-2001)
					140 ± 14	i-C ₄ H ₈ /воздух (ГСО 9127-2008)
10 – 2000	25 ± 5	500 ± 50	1000 ± 100	1500 ± 150		Генератор ГГС-03-03 в комплекте с NH ₃ /воздух (ГСО 7926-2001)
					230 ± 23	i-C ₄ H ₈ /воздух (ГСО 9127-2008)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Рабочий эталон 2-го разряда - генератор аммиака ГЕА-01

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:

2.1 Результаты прогрева и проверки общего функционирования _____.

2.2 Результаты проверки расхода ПГС на выходе генератора _____.

2.3 Результаты проверки нулевых показаний ФИД _____.

2.4 Результаты подтверждение соответствия программного обеспечения _____.

3. Результаты определения метрологических характеристик

3.1 Результаты определения относительной погрешности ФИД _____.

3.2 Результаты определения относительной погрешности поддержания расхода _____.

3.3 Результаты определения коэффициента пересчета (К) концентрации изобутилена на аммиак _____.

Поверитель _____