

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

УТВЕРЖДАЮ



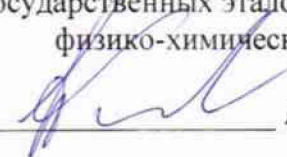
Государственная система обеспечения единства измерений

Газоопределители химические ГХ-М

Методика поверки

МП 242-2129-2017

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


_____ А.В. Колобова

«__» _____ 2017 г.

Разработчик
научный сотрудник


_____ Н.Б. Шор

«__» _____ 2017 г.

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на газоопределители химические ГХ-М (далее – ГХ-М) и устанавливает методику их первичной поверки при выпуске из производства и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Первичной поверке подлежат ГХ-М (партия индикаторных трубок ТИ ГХ (далее – ТИ ГХ) и аспираторы сильфонные АМ-5 (далее – АМ-5)) при выпуске из производства, а также ГХ-М с новой партией ТИ ГХ или после ремонта АМ-5.

Каждая партия ТИ ГХ проходит выборочную поверку при выпуске из производства. Партия ТИ ГХ не должна превышать 6000 трубок. Для проведения поверки от партии отбирается не менее 9 шт.

Периодическая поверка проводится в том случае, если срок сохраняемости ТИ ГХ, прошедших ранее первичную поверку, не истек.

Интервал между поверками – 1 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
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование	6.2		
– проверка общего функционирования АМ-5	6.2.1	да	да
– проверка герметичности АМ-5	6.2.2	да	да
– проверка сроков сохраняемости ТИ ГХ	6.2.3	да	да
Определение метрологических характеристик	6.3		
– определение абсолютной погрешности АМ-5	6.3.1	да	да
– определение основной относительной (абсолютной) погрешности ГХ-М	6.3.2	да	нет

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

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта МП	Наименование рабочих эталонов или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.3.1	Измеритель объема ИО-1М (регистрационный № 24806-14)
6.3.2	Секундомер электронный «СЧЕТ-1М» (регистрационный номер 40929-09)
6.3.2	Генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р, ГГС-К или ГГС-03-03 (регистрационный № 62151-15) в комплекте со стандартными образцами состава газовых смесей (ГС) ГСО 10547-2014 (NO ₂ /N ₂ , SO ₂ /N ₂ , CO ₂ /N ₂ , CO/N ₂ , O ₂ /N ₂ , H ₂ S/N ₂) в баллонах под давлением
6.3.2	Генератор нулевого воздуха ГНГ-01 (регистрационный № 26765-15)
4.1, 6.3	Прибор комбинированный для измерения температуры, относительной влажности воздуха и абсолютного давления Testo 622 (регистрационный № 53505-13): диапазон измерений температуры от 10 °С до 30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 °С; диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80

Номер пункта МП	Наименование рабочих эталонов или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
	%, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %; диапазон измерений абсолютного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ кПа.
6.3	Ротаметр РМ-А-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4
	Редуктор СУЛ-1 производства GO Regulator, максимальное давление на входе 250 кгс/см ² , максимальное выходное давление 25 кгс/см ² .
	Тройник (фторопласт, стекло, нержавеющая сталь)
	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм

2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГС в баллонах под давлением – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

3.3 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.

3.4 При работе с генераторами необходимо соблюдать общие требования безопасности «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные приказом Минэнерго РФ № 6 от 13.01.2003, и «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Минтруда России № 328н от 24.07.2013, введенные в действие с 04.08.2014 г.

3.5 При вскрытии трубок соблюдают меры предосторожности при работе со стеклом, применяя специальные приспособления и средства защиты.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление $(101,3 \pm 3,3)$ кПа;
- относительная влажность окружающей среды до 80 %;
- давление в баллонах ГС должно быть не ниже 0,5 МПа.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- выдерживают ГС в баллонах под давлением, в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемые ГХ-М – в течение 2 ч

- подготавливают поверяемые ГХ-М к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации (РЭ) ГХ-М.000 РЭ, АМ-5 – в соответствии с АМ5.00.000 РЭ;
- проверяют наличие паспортов и сроки годности ГС, срок действия свидетельств о поверке на средства поверки;
- подготавливают к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5.2 Влажность приготавливаемых ГС обеспечивают при помощи генератора нулевого воздуха ГНГ-01 (в режиме работы без осушки).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие ГХ-М следующим требованиям: для АМ-5:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- маркировка и комплектность, соответствующая требованиям паспорта АМ5.00.000 ПС, для ТИ ГХ:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность ТИ ГХ;
- соответствие комплектности ТИ ГХ комплекту поставки ГХ-М;
- соответствие ТИ ГХ по внешнему виду (в т.ч. окраски индикаторной массы), габаритным размерам и маркировке требованиям, указанным в Руководстве по эксплуатации ГХ-М.000 РЭ;

- четкость шкал, нанесенных на ТИ ГХ.

ГХ-М считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

Результаты внешнего осмотра считаются положительными, если ГХ-М соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования АМ-5

Проверку общего функционирования АМ-5 проводят путем его сжатия. Аспиратор должен полностью распрямиться в течение 2 с.

6.2.2 Проверка герметичности АМ-5

6.2.2.1 Проверку герметичности АМ-5 проводят с помощью измерителя объема ИО-1М, схема которого приведена на рисунке Б.1 Приложения Б. АМ-5 подсоединяют к штуцеру (6) при положении крана (8) ОТКР. Далее сжимают сильфон аспиратора. Одновременно с этим включают секундомер. Через 1 мин кран (8) переводят в положение ИЗМЕР и фиксируют максимальный уровень подъема жидкости в измерительной трубке (1) по шкале (2) измерителя объема.

6.2.2.2 Проводят аналогичные измерения, но без выдержки в течение 1 мин.

6.2.2.3 Выполняют п.п. 6.2.2.1, 6.2.2.2 не менее трех раз и вычисляют средние арифметические значения измеренных объемов.

Аспиратор считают выдержавшим испытание, если разность средних значений измеренных объемов не превышает 3 см³.

6.2.1 Контроль сроков сохраняемости ТИ ГХ.

Контроль сроков сохраняемости ТИ ГХ проводят по дате (месяц и год), указанной на упаковке.

Результаты контроля считают положительными, если ТИ ГХ имеют сроки сохраняемости, истекающие не ранее, чем через 12 месяцев после проведения поверки.

Результаты опробования считаются положительными, если ГХ-М соответствует перечисленным выше требованиям.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение абсолютной погрешности АМ-5

Определение абсолютной погрешности АМ-5 проводят с помощью измерителя объема ИО-1М.

АМ-5 подсоединяют к штуцеру (6) при положении крана (8) ОТКР. Далее сжимают сильфон аспиратора. Кран (8) переводят в положение ИЗМЕР и фиксируют максимальный уровень подъема жидкости в измерительной трубке (1) по шкале (2) измерителя объема.

Проводят три измерения, вычисляют среднее арифметическое значение измеренного объема (V_u , см³).

Полученное значение объема пробы воздуха приводят к нормальным условиям ($T = 293,2$ К и $P = 101,3$ кПа) по формуле:

$$V_o = \frac{V_u \cdot P \cdot 293,2}{101,3 \cdot (273,2 + t)} \quad (1)$$

где V_o – объем воздуха, измеренный ИО-1М и приведенный к нормальным условиям, см³;

P – атмосферное давление, кПа; t – температура окружающего воздуха, °С.

Рассчитывают значение абсолютной погрешности (Δ , см³) по формуле:

$$\Delta = V_u - V_o \quad (2)$$

где

V_u – номинальный объем прокачиваемой пробы воздуха за один рабочий ход аспиратора, равный 100 см³.

Результаты определения считаются положительными, если полученные значения абсолютной погрешности АМ-5 находятся в пределах ± 5 см³.

6.3.2 Определение основной относительной (абсолютной) погрешности ТИ ГХ проводят путем непосредственного сравнения показаний, считываемых по шкале, с действительным значением объемной доли определяемого компонента в ГС.

Если шкала ТИ равномерная, то определение погрешности проводят в трех точках диапазона измерений, соответствующих (5±5) %, (50±5) %, (95±5) % диапазона измерения; если шкала неравномерная определение погрешности проводят в четырех точках диапазона измерений, соответствующих (5±5) %, (30±5) %, (70±5) %, (95±5) % диапазона измерений. Диапазоны измерений ТИ ГХ и источники получения ГС приведены в таблице А.1. (Приложение А). Число измерений для каждой точки - не менее 3-х.

Для ТИ ГХ СО-0,25 (две шкалы) основную относительную погрешность определяют последовательно для каждого диапазона.

Прокачивание ГС осуществляют следующим образом:

– собирают газовую систему, схема которой изображена на рисунке Б.2 Приложения Б. Сборку ведут с помощью фторопластовой трубки. ГС должна поступать в индикаторную трубку по направлению стрелки, нанесенной на поверхность трубки.

– обеспечивают подачу поверочной газовой смеси с номинальным значением содержания определяемого компонента, соответствующим точке проверки. Расход поверочной газовой смеси задают в пределах 0,5 – 1,0 дм³/мин и контролируют по ротаметру.

– прокачивают поверочную газовую смесь через индикаторную трубку с помощью АМ-5. Объем пробы определяется числом качков, указанных на упаковке ТИ ГХ.

На каждой ГС проводится по три измерения, используя при этом по три индикаторные трубки. Показания снимаются по шкале. Если граница слоя индикаторного порошка, изменившего окраску, неровная, в расчет принимается максимальная длина прореагировавшего слоя.

За результат измерения принимается среднее арифметическое значение содержания определяемого компонента, определенное по трем индикаторным трубкам.

Среднее арифметическое значение содержания определяемого компонента рассчитывается по формуле:

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3}{3} \quad (3)$$

где: \bar{X} – среднее арифметическое значение объемной доли определяемого компонента, млн⁻¹ или % (об.);

X_1, X_2, X_3 – результаты единичных измерений, млн⁻¹ или % (об.);

3 – число измерений.

Среднее арифметическое значение содержания определяемого компонента необходимо умножить на коэффициент F , рассчитанный по формуле:

$$F = \frac{101,3}{P_{ATM}} \quad (4)$$

где: P_{ATM} – атмосферное давление в момент проведения измерений, кПа.

Для каждого полученного значения рассчитывают основную относительную погрешность (δ , %) по формуле:

$$\delta = \frac{\bar{X} \cdot F - X_D}{X_D} \cdot 100 \quad (5)$$

где

X_D – действительное значение объемной доли определяемого компонента в ГС млн⁻¹ или % (об.)

Для ТИ ГХ СО-5 рассчитывают основную абсолютную погрешность (Δ , % (об.)) по формуле:

$$\Delta = \bar{X} \cdot F - X_D \quad (6)$$

Результаты определения считают положительными, если для каждого полученного значения основной относительной (абсолютной) погрешности соблюдается неравенство:

$$\delta < k \cdot \delta_D \quad (7)$$

или

$$\Delta < k \cdot \Delta_D \quad (8)$$

где

k – коэффициент технологического запаса, равный 0,8;

δ_D (Δ_D) – пределы допускаемой основной относительной (абсолютной) погрешности, указанные в таблице А.1 Приложения А.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки ГХ-М составляется протокол поверки. Форма рекомендуемого протокола приведена в Приложении В.

7.2 ГХ-М, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке установленной формы в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.4 При отрицательных результатах поверки применение ГХ-М запрещается и выдается извещение о непригодности.

7.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Таблица А.1. Метрологические характеристики ГХ-М и перечень источников получения ГС, используемых при поверки.

Обозначение ТИ ГХ	Диапазоны измерений объемной доли, % (об.)	Пределы допускаемой основной относительной погрешности (δ), %	Источник ГС
ГХ H ₂ S-0,0066	от 3 до 66 млн ⁻¹	±25	Генератор ГГС (ГГС-Р или ГГС-К) в комплекте с ГСО 10547-2014 (H ₂ S/N ₂)
ГХ SO ₂ -0,007	от 2 до 70 млн ⁻¹	±25	Генератор ГГС (ГГС-Р или ГГС-К) в комплекте с ГСО 10547-2014 (SO ₂ /N ₂)
NO+NO ₂ -0,005	от 1 до 50 млн ⁻¹	±25	Генератор ГГС (ГГС-Р или ГГС-К) в комплекте с ГСО 10547-2014 (NO ₂ /N ₂)
ГХ СО-0,25	от 5 до 250 млн ⁻¹	±25	Генератор ГГС (ГГС-Р или ГГС-К) в комплекте с ГСО 10547-2014 (СО/N ₂)
	от 50 до 2500 млн ⁻¹	±25	
ГХ СО-5	от 0,25 до 2,0 включ. св. 2,0 до 5,0	0,25 % (об.) 0,75 % (об.) ¹⁾	
ГХ СО ₂ -2	от 0,25 до 2,0	±25	Генератор ГГС (ГГС-Р или ГГС-К) в комплекте с ГСО 10547-2014 (СО ₂ /N ₂)
ГХ СО ₂ -50	от 5 до 50	±20	
ГХ О ₂ -21	от 2 до 4 включ. св. 4 до 25	±20 ±10	Генератор ГГС (ГГС-Р или ГГС-К) в комплекте с ГСО 10547-2014 (О ₂ /N ₂)

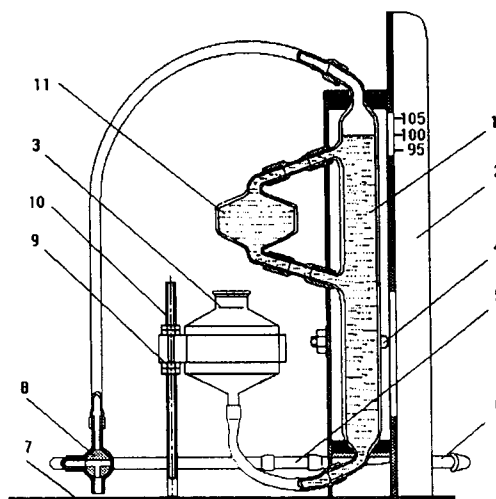
Примечания

1 ¹⁾ Пределы допускаемой основной абсолютная погрешность, % (об.).

2 При поверке можно использовать стандартные образцы состава: газовые смеси с номинальным значением содержания определяемого компонента (без применения генератора ГГС).

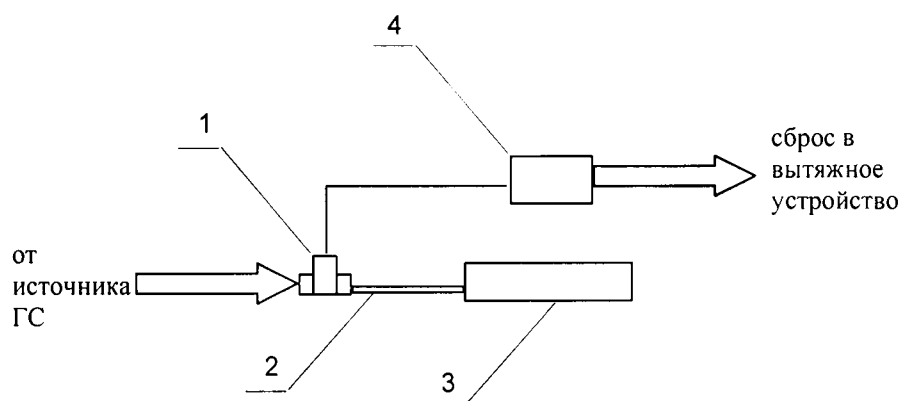
3 Допускается получение необходимого значения определяемой концентрации компонента путем прокачивания через ТИ ГХ объема газа, отличного от указанного на упаковке (большого или меньшего объема).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)



- | | |
|---------------------------|---------------------------|
| 1 – трубка измерительная; | 7 – рама; |
| 2 – шкала; | 8 – кран; |
| 3 – сосуд уравнильный; | 9 – хомут; |
| 4 – нониус; | 10 – стойка; |
| 5 – капилляр; | 11 – сосуд измерительный. |
| 6 – штуцер; | |

Рисунок Б.1 – Измеритель объема ИО-1М



- | | |
|-------------|--------------|
| 1 – тройник | 3 – АМ-5 |
| 2 – ТИ ГХ | 4 – ротаметр |

Рисунок Б.2 – Схема газовых соединений при определении основной погрешности ГХ-М

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ: _____

Зав. № АМ-5 _____, номер партии ТИ ГХ _____

Дата выпуска _____

Регистрационный номер: _____.

Заказчик: _____

Серия и номер клейма предыдущей поверки: _____

Дата предыдущей поверки: _____

Методика поверки: _____

Основные средства поверки: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____.

2. Результаты опробования _____.

3. Результаты определения метрологических характеристик.

Определяемый компонент	Диапазон измерений	Объемная доля компонента в ГС, млн ⁻¹ (% об.)	Среднее арифметическое значение объемной доли компонента, млн ⁻¹ (% об.)	Относительная (абсолютная) погрешность, %	Пределы допускаемой основной относительной (абсолютной) погрешности, %

Заключение: на основании результатов первичной (или периодической) поверки ГХ-М признаны соответствующими установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодны к применению.

Поверитель: _____

Дата поверки: _____