

УТВЕРЖДАЮ

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



Н.И. Ханов

2014 г.

Извещение

об изменении №1 к документу МП 242-1666-2013

«Комплект поверочный УП - рабочий эталон 2-го разряда. Методика поверки»

с 01.08.2014 г.

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

Л.А. Конопелько

" 18 " 07 2014 г.

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

Н.Б. Шор

" 18 " 07 2014 г.

Санкт-Петербург

2014 г.

Изменение №1 к документу МП 242-1666-2013 «Комплект поверочный УП - рабочий эталон 2-го разряда. Методика поверки».

1. Заменить страницу 4 с изменением текста в п.п.3.1 и 3.3, добавление к изобутилену второго компонента - «гексан».

2. Заменить страницу 6 с изменением в таблице 2, введение стандартного образца состава: газовой смеси C_6H_{14} /воздух в баллоне под давлением ГСО 1-го разряда № 9247-2008 по ТУ 6-16-2956-92; диапазон объемной доли (0,1– 0,5) %, относительная погрешность аттестации не более 3 %.

3. Заменить страницы 8 и 9 с изменением п.5.2 корректировки обозначений рис.1 ДКТЦ.442269.001 РЭ.

4. Заменить страницу 10 с изменением по всему тексту в п. 6.3.1 - добавление к изобутилену второго компонента - «гексан».

5. Заменить страницу 11 с изменением пункта 6.3.1.2 – замена подпунктов 1) и 9) на новые, ссылка на Приложение А:

«1) собрать схему в соответствии с рис.1. (см. Приложение А настоящей методики), Выбрать в меню компаратора определяемое вещество (изобутилен или гексан

9) на прибор через тройник от генератора подать последовательно ПГС изобутилена и гексана в воздухе с массовой концентрацией (60 ± 10) мг/м³ или (230 ± 70) мг/м³, соответственно. Контроль расхода осуществлять ротаметром, подключенным к тройнику».

6. Заменить страницу 13 с заменой первого абзаца на новый:

« C_1 -значение концентрации изобутилена (или гексана) в ПГС, приведенное в паспорте (или рассчитанное на выходе генератора), мг/м³;

По всему тексту - добавление к изобутилену второго компонента - «гексан».

7. Заменить страницу 14 с заменой второго абзаца на новый:

«- относительное отклонение измеренных значений концентраций C_{2i} от среднего арифметического значения не превышает 5 %».

8. Заменить страницы 14 и 15 с добавлением нового пункта 6.3.3.3.

«6.3.3.3. Контроль (определение) относительной погрешности устройства УП при первичной поверке

Относительная погрешность устройства УП при первичной поверке не превышает $\pm 5\%$ при условии выполнения требований:

- отношение показаний компаратора ΔA_1 и ΔA_2 (формула 1) должно находиться в пределах от 0,9 до 1,1;

- значения среднего квадратического отклонения (S_0) воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен или гексан), вычисленного по формуле (4), не должны превышать 0,5 % отн.»,

а также добавлением к изобутилену второго компонента - «гексан» (по всему тексту).

9. Заменить страницу 19 с изменением в таблице «Результаты поверки» - добавление к изобутилену второго компонента - «гексан».

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	да	да
2. Опробование	6.2	да	да
3. Определение метрологических характеристик комплекта	6.3		
3.1. Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП в пересчете на:			
Изобутилен и гексан	6.3.1	да	нет
Определяемое вещество*	6.3.2	да	нет
3.2. Определение относительной погрешности	6.3.3	да	да
3.3. Определение относительного среднего квадратического отклонения воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен и гексан)	6.3.4	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки: номер документа, регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме	Основные метрологические характеристики
6.3	Эталонные комплексы, входящие в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011 (Б1 и Б4)	Диапазон молярной доли $1 \cdot 10^{-7} - 5 \%$, S от $7 \cdot 10^{-9}$ до $1,6 \cdot 10^{-2} \%$, Θ от $1,4 \cdot 10^{-8}$ до $2,0 \cdot 10^{-8} \%$ (при P = 0,99)
6.3.	Стандартный образец состава: газовая смесь C ₆ H ₁₄ /воздух в баллоне под давлением ГСО 1-го разряда № 9247-2008 по ТУ 6-16-2956-92	Диапазон объемной доли (0,1– 0,5) %, относительная погрешность аттестации не более 3 %
6.4.1	Рабочий эталон 1-го разряда генератор газовых смесей ГГС-03-03 по ШДЕК.418313.001 ТУ (№ 46598-11 в Госреестре РФ) в комплекте с ГСО-ПГС состава H ₂ S/N ₂ № 4283-88 в баллоне под давлением по ТУ 6-16-2956-92	Пределы допускаемой относительной погрешности $\pm (7 - 5) \%$
6.3	ГСО C ₄ H ₁₀ (изобутилен)/воздух 9128-2008 по ТУ 6-16-2956-92	Объемная доля (200±20) млн ⁻¹ , относительная погрешность не более $\pm 4 \%$
6.4.1	Поверочный нулевой газ (ПНГ) - воздух по ТУ 6-21-5-85	Остаточное содержание сероводорода и аммиака не более 0,005 мг/м ³

3.4. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.5. При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением", утвержденные Госгортехнадзором.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5;
относительная влажность воздуха, % при температуре 20 °С	от 30 до 80;
атмосферное давление, кПа (мм.рт.ст.)	от 84 до 106,7 (от 630 до 800).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки выполнить следующие подготовительные работы:

- 1) подготавливают к работе комплект поверочный УП - устройство поверочное УП и фильтр «нулевого» воздуха ФКУ - в соответствии с ДКТЦ.442269.001 РЭ;
- 2) проверяют наличие паспортов и сроки годности ПГС;
- 3) баллоны с ПГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч;
- 4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- 5) включают приточно-вытяжную вентиляцию;

5.2. Подготовить к поверке устройство УП и фильтр ФКУ в следующем порядке:

- извлечь устройство УП и фильтр ФКУ из тары, после чего снять с устройства УП колпачок 2 в соответствии с рисунком 1 ДКТЦ.442269.001 РЭ,

а с фильтра ФКУ снять крышку (4), вынуть пробку (3) (рисунок 2 ДКТЦ.442269.001 РЭ;

- произвести тренировку устройства УП, нажав 3 раза клапан (3) в течение 3 с.

Примечания:

1. Рабочее положение устройства УП любое, при этом отверстия на корпусе устройства УП не должны быть перекрыты.

2. Рабочее положение фильтра ФКУ должно быть вертикальное.

5.3. Выдержать устройство УП, фильтр ФКУ и средства поверки при температуре поверки 2 ч.

5.4. Проверить срок действия свидетельства о поверке средств поверки.

5.5. Рассчитать и приготовить ПГС определяемых веществ (изобутилена и гексана) в соответствии с РЭ на генератор разбавительного типа, входящий в состав эталонного комплекса Б4.

При приготовлении ПГС необходимо выполнить следующие условия:

а) массовая концентрация вещества в приготавливаемой ПГС и в ПГС от устройства УП (в пересчете на определяемое вещество или изобутилен) не должны отличаться более чем на 10 %;

б) объёмный расход приготавливаемых ПГС должен быть не менее 1,0 дм³/мин.

5.6. Собрать схему для проведения работы в соответствии с рисунком 1 (Приложение А настоящей методики поверки).

5.7. Провести пересчет объемной доли изобутилена и гексана в ПГС в массовую концентрацию.

Значение массовой концентрации изобутилена в мг/м³ при температуре 20 °С и 760 мм рт.ст. в смесях с азотом или воздухом получаются при умножении значения объемной доли изобутилена в млн⁻¹ (ppm) на коэффициент, равный 2,41 (изобутилен) или 3,57 (гексан).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре комплекта (устройства УП и фильтра ФКУ) должна быть проверена комплектность в соответствии с разделом 3 "Комплект поставки" ДКТЦ.442269.001 РЭ и установлено:

- наличие пломбы;
- отсутствие внешних дефектов и повреждений корпуса, а также повреждений и загрязнений надписей.

6.2. Опробование

6.2.1. При опробовании путем нажатия на клапан устройства УП должна быть выполнена проверка его работы.

Опробование считается удовлетворительным, если клапан устройства УП работает плавно и возвращается в исходное положение.

6.3. Определение метрологических характеристик комплекта

6.3.1. Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП, в пересчете на изобутилен и гексан.

Определение массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП в пересчете на изобутилен и гексан, проводится методом компарирования, который заключается в сравнении выходных сигналов, полученных при последовательной подаче на компаратор ГС изобутилена (или гексана) в воздухе и ПГС от устройства УП, с концентрациями, отличающимися друг от друга не более, чем на 10 %.

В качестве компаратора используется эталонный хроматографический комплекс (Б1), входящий в состав ГЭТ 154-2011.

Примечание: допускается использование в качестве компаратора прибора АНТ-3, для которого относительное среднее квадратическое отклонение (СКО, S_o) результатов измерений концентрации не превышает 0,5 %.

6.3.1.1. Определение массовой концентрации вещества в пересчете на изобутилен и гексан при использовании в качестве компаратора эталонного хроматографического комплекса проводится в соответствии с Хд 1.456.443 МИ1.

6.3.1.2. Определение массовой концентрации вещества в пересчете на изобутилен и гексан при использовании в качестве компаратора прибора АНТ-3, имеющее СКО не более 0,5 % , проводится в указанной ниже последовательности:

1) собрать схему в соответствии с рис.1. (см. Приложение А настоящей методики), Выбрать в меню компаратора определяемое вещество (изобутилен или гексан)

2) отвернуть заглушку гнезда КАЛИБР на передней панели прибора (компаратора),

3) установить штекер ПУЛЬТА, предназначенного для корректировки коэффициента усиления (чувствительности) прибора, в гнездо КАЛИБР,

4) присоединить к разъему прибора вилку кабеля адаптера питания, который включить в сеть, после чего нажать на кнопку ВКЛ/ВЫКЛ,

5) подать на прибор через тройник «нулевой» воздух ПНГ,

6) нажать на белую кнопку ПУЛЬТА и удерживать в нажатом состоянии до появления на индикаторе заставки КОРРЕЛЯЦИЯ К. Отпустить кнопку, после чего на индикаторе появится надпись ИЗОБУТИЛЕН или ГЕКСАН.

7) нажать дважды на кнопку ПУСК на боковой панели прибора с паузой между нажатиями 2 – 3 с, после чего на экране индикатора появится заставка, в верхней строке которой отображается информация об измеренной прибором массовой концентрации, в нижней строке (справа) – численное значение коэффициента усиления, например, 0162.

8) проводить измерения через 30 мин после включения прибора,

9) на прибор через тройник от генератора подать последовательно ПГС изобутилена и гексана в воздухе с массовой концентрацией (60 ± 10) мг/м³ или (230 ± 70) мг/м³, соответственно. Контроль расхода осуществлять ротаметром, подключенным к тройнику.

10) зафиксировать показания прибора через 15 с,

6.3.1.1. Определение массовой концентрации вещества в пересчете на изобутилен и гексан при использовании в качестве компаратора эталонного хроматографического комплекса проводится в соответствии с Хд 1.456.443 МИ1.

6.3.1.2. Определение массовой концентрации вещества в пересчете на изобутилен и гексан при использовании в качестве компаратора прибора АНТ-3, имеющее СКО не более 0,5 % , проводится в указанной ниже последовательности:

1) собрать схему в соответствии с рис.1. (см. Приложение Б настоящей методики), Выбрать в меню компаратора определяемое вещество (изобутилен или гексан)

2) отвернуть заглушку гнезда КАЛИБР на передней панели прибора (компаратора),

3) установить штекер ПУЛЬТА, предназначенного для корректировки коэффициента усиления (чувствительности) прибора, в гнездо КАЛИБР,

4) присоединить к разъему прибора вилку кабеля адаптера питания, который включить в сеть, после чего нажать на кнопку ВКЛ/ВЫКЛ,

5) подать на прибор через тройник «нулевой» воздух ПНГ,

6) нажать на белую кнопку ПУЛЬТА и удерживать в нажатом состоянии до появления на индикаторе заставки КОРРЕЛЯЦИЯ К. Отпустить кнопку, после чего на индикаторе появится надпись ИЗОБУТИЛЕН или ГЕКСАН.

7) нажать дважды на кнопку ПУСК на боковой панели прибора с паузой между нажатиями 2 – 3 с, после чего на экране индикатора появится заставка, в верхней строке которой отображается информация об измеренной прибором массовой концентрации, в нижней строке (справа) – численное значение коэффициента усиления, например, 0162.

8) проводить измерения через 30 мин после включения прибора,

9) на прибор через тройник от генератора подать последовательно ПГС изобутилена и гексана в воздухе с массовой концентрацией (60 ± 10) мг/м³ или (230 ± 70) мг/м³ , соответственно. Контроль расхода осуществлять ротаметром, подключенным к тройнику.

10) зафиксировать показания прибора через 15 с,

11) при несоответствии измеренной массовой концентрации изобутилена ($C_{и}$) с действительным значением ($C_{д}$) установить с помощью кнопок прибора ПУСК (увеличение) и ВЫБОР (уменьшение) коэффициента усиления, при котором $C_{и}$ будет равно $C_{д}$, после чего подачу ПГС прекратить.

12) подсоединить к прибору устройство поверочное УП, подготовленное к работе в соответствии с ДКТЦ.442269.001 РЭ. Зафиксировать максимальное показание прибора.

13) отсоединить устройство УП от прибора.

13) нажать дважды на кнопку черного цвета на ПУЛЬТЕ с паузой между нажатиями 2 – 3 с, после чего на индикаторе появится заставка ИЗОБУТИЛЕН, а коэффициент усиления будет введен в запоминающее устройство прибора.

6.3.1.3. После введения коэффициента провести (в соответствии с п.п. 6.3.1.2.5), 6.3.1.2.9), 6.3.1.2.10), 6.3.1. 2.12) подачу газов в прибор в последовательности):

ПНГ и ГС изобутилена (или гексана) в воздухе;

ПНГ и ПГС от устройства УП;

Число циклов - не менее 5.

Зафиксировать показания индикатора прибора. При подаче ПГС от устройства УП зафиксировать максимальное показание прибора.

6.3.1.4. Рассчитать массовую концентрацию вещества в ПГС, получаемой от устройства УП, в пересчете на изобутилен (или гексан) по формулам (1) и (2):

$$C_{2i} = C_1 \frac{\Delta A_2}{\Delta A_1}, \quad (1)$$

$$\bar{C}_2 = \frac{\sum_{i=1}^n C_{2i}}{5}, \quad (2)$$

где, C_{2i} - i -ое значение концентрации в ПГС, создаваемой УП, в пересчете на изобутилен (или гексан), мг/м³;

C_1 - значение концентрации изобутилена (или гексана) в ПГС, приведенное в паспорте (или рассчитанное на выходе генератора), мг/м³;

ΔA_1 - изменение показаний при подаче ПНГ воздуха от фильтра ФКУ и ПГС изобутилена, мг/м³;

ΔA_2 - изменение показаний при подаче ПНГ воздуха от фильтра ФКУ и ПГС, создаваемой устройством УП, мг/м³;

\bar{C}_2 - среднее арифметическое значение концентрации в ПГС от устройства УП, мг/м³.

Результаты определения считаются удовлетворительными, если значение массовой концентрации вещества в ПГС от комплекта (устройства УП) в пересчете на изобутилен (или гексана) находится в пределах от 25 до 1000 мг/м³.

Относительная погрешность определения C_2 не превышает $\pm 5\%$.

6.3.2. Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП, в пересчете на определяемое вещество для анализаторов-течеискателей АНТ-3хх (аммиак, ацетон, декан, гексан, бензол, бутилацетат, бутанол, винилхлорид, диметилформамид, изобутилен, ксилол, метилтретичный-бутиловый эфир, метилэтилкетон, оксид азота, бутан, пропанол, пропилен, стирол, тетрахлорэтилен, толуол, циклогексан, этанол, этилацетат, этилбензол, этилен, этилцеллозольв)

Значение массовой концентрации вещества в ПГС от устройства УП в пересчете на определяемое вещество устанавливается индивидуально для каждого прибора АНТ-3хх и заносится в руководство по эксплуатации прибора.

Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП, в пересчете на определяемое вещество, проводится в соответствии п. 6.3.6 МП-242-1644-2013 «Анализатор-

течеискатель АНТ-3М. Методика поверки» или в методике поверки на анализатор-течеискатель АНТ-3хх.

Результаты определения считаются удовлетворительными, если:

значение массовой концентрации вещества в ПГС от устройства УП в пересчете на определяемое находится в пределах от 25 до 1000 мг/м³,

- относительное отклонение измеренных значений концентраций C_{2i} от среднего арифметического значения не превышает 5 %.

В этом случае относительная погрешность устройства УП не превышает ± 10 %.

6.3.3. Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности устройства УП проводится с использованием ГС изобутилена и гексана в воздухе (при периодической поверке).

6.3.3.1. Провести определение массовой концентрации вещества в ПГС от устройства УП в пересчете на изобутилен и гексан в соответствии с п. 6.3.1.2 настоящей методики.

6.3.3.2. Рассчитать относительную погрешность устройства УП (δ_0 в %) по формуле (3)

$$\delta_0 = \frac{C_{изм} - C_n}{C_n} \times 100 \quad (3)$$

где $C_{изм}$ - измеренное значение массовой концентрации вещества (в пересчете на изобутилен или гексан), мг/м³, рассчитанное по формуле (2);

C_n - значение массовой концентрации вещества (в пересчете на изобутилен или гексан), приведенное в свидетельстве о первичной поверке комплекта, мг/м³.

Относительная погрешность УП (по изобутилену или гексану) не должна превышать ± 5 %.

6.3.3.3. Определение (контроль) относительной погрешности устройства УП при первичной поверке

Относительная погрешность устройства УП при первичной поверке не превышает ± 5 % при условии выполнения требований:

- отношение показаний компаратора ΔA_1 и ΔA_2 (формула 1) должно находиться в пределах от 0,9 до 1,1;

- значения среднего квадратического отклонения (S_o по п.6.3.4), вычисленного по формуле (4), не должны превышать 0,5 % отн.

6.3.4. Определение среднего квадратического отклонения воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен или гексан)

Определение среднего квадратического отклонения (S_o) воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен или гексан) проводится одновременно с определением по п.6.3.1.

Расчет СКО (S_o в %) проводится по формуле (4)

$$S_{o_k} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{2_i} - \bar{C}_2)^2}{n \cdot (n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{C}_2} \quad (4)$$

где n – число измерений, равное 5.

СКО не должно превышать 0,5 %.

6.4. Определение метрологических характеристик фильтра «нулевого» воздуха ФКУ

6.4.1 Определение остаточного содержания компонента в очищенном воздухе

Определение остаточного содержания компонента в очищенном воздухе проводится по сероводороду с использованием эталонного комплекса Б4 в соответствии с Хд 1.456.446 МИ.

На вход фильтра ФКУ подают ПГС состава H_2S /воздух с массовой концентрацией (10 ± 1) мг/м³, приготовленной на генераторе разбавительного типа.

Выход фильтра ФКУ через стеклянный тройник подсоединяют к газоанализатору-компаратору, входящему в состав эталонного комплекса.

Расход ПГС не менее 1 дм³/мин, время пропускания ПГС через фильтр не менее 5 мин, число измерений не менее 3-х.

Остаточное содержание сероводорода в очищенном воздухе не должно превышать 0,1 мг/м³.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки комплекта составляется протокол, в котором указывается соответствие предъявленным к нему требованиям.

Форма протокола приведена в приложении Б.

7.2 При положительных результатах поверки подтверждается качество комплектов в контролируемой партии, а также считается подтверждённой возможность дальнейшего их изготовления и приёмки по той же документации, по которой они изготовлены и прошли поверку, до получения результатов очередной поверки.

7.3 Если в результате поверки обнаружено несоответствие комплекта предъявленным ему требованиям, то результаты поверки считаются отрицательными.

7.4 Повторную поверку проводят на удвоенном количестве комплектов из той же партии.

Повторная поверка проводится в объёме тех видов операций :

при которых обнаружены несоответствия комплектов установленным требованиям;

которые могли повлиять на возникновение дефектов;

по которым поверка не проводилась.

7.5 Если при повторной поверке будет обнаружено несоответствие хотя бы одной операции, комплекты бракуют, отгрузку готовых и приёмку новых комплектов временно прекращают.

7.6 После проведения мероприятий по устранению дефектов, и причин их вызывающих, на вновь изготовленных комплектах проводят поверку в полном объёме.

Допускается проводить поверку по операциям, по которым были получены неудовлетворительные результаты, и по операциям, по которым испытания не проводились.

7.7 При получении положительных результатов поверки приёмку комплектов и их отгрузку возобновляют.

7.8 На партию комплектов, прошедшую поверку, выдаётся свидетельство о поверке установленной формы.

ПРОТОКОЛ

Поверки комплектов поверочных УП

Партия. № _____ Зав.№ _____

Изготовитель ФГУП "ГосНИИхиманалит"

Дата выпуска _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____

Давление атмосферное _____

Относительная влажность воздуха _____

Результаты поверки

Наименование параметра	Предельно-допустимое значение	Фактическое значение параметра
1. Внешний осмотр	Соответствует требованиям МП	
2. Опробование	---	
3. Массовая концентрация вещества в пересчете на изобутилен и гексан, мг/м ³	В диапазоне от 25 до 1000 мг/м ³	
4. Относительная погрешность (по изобутилену и гексану)	± 5 %	
7. СКО	0,5 %	
8. Остаточное содержание сероводорода в очищенном воздухе (для сероводорода)	0,1 мг/м ³	

Заключение _____

Поверитель _____

Дата поверки _____

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

Н.И. Ханов

“ 2013 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
КОМПЛЕКТ ПОВЕРОЧНЫЙ УП - РАБОЧИЙ ЭТАЛОН 2-го РАЗРЯДА


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1666-2013

Руководитель НИО госэталонов
в области физико-химических изме-
рений» ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»

 Л.А. Конопелько

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

 Н.Б. Шор

Санкт-Петербург

2013 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
2.СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
3.ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	7
4.УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	7
5.ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	8
6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	9
7.ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	15

- ПРИЛОЖЕНИЯ:**
- А. Схема подключения комплекта поверочного УП к компаратору
 - Б. Протокол поверки

Настоящая методика поверки распространяется на комплект поверочный УП - рабочий эталон 2-го разряда ДКТЦ.442269.001 (далее – комплект), предназначенный для воспроизведения единицы массовой концентрации веществ, приведенных в п.6.3.2, и ее передачи к рабочим средствам измерений, и устанавливает методику его первичной и периодической поверки.

Комплект состоит из устройства поверочного УП и фильтра «нулевого» воздуха ФКУ.

Интервал между поверками – 1,5 года.

Комплект создает поверочную газовую смесь (ПГС) - пропан-бутановую воздушную смесь, которая является эквивалентной газовой смесью для определяемых веществ анализаторов-течеискателей типа АНТ-хх.

Значение массовой концентрации, воспроизводимое комплектом в пересчете на определяемое вещество, определяется индивидуально для каждого анализатора-течеискателя АНТ-3М с фотоионизационным детектором ФИД и заносится: при первичной поверке в раздел 8 руководства по эксплуатации (АНТ-3хх) и ДКТЦ.442269.001 РЭ (УП).

Фильтр «нулевого» воздуха ФКУ предназначен для приготовления поверочного «нулевого» газа (ПНГ) с нормированным содержанием определяемых органических веществ, сероводорода и аммиака.

Первичная поверка комплекта проводится с использованием ПГС изобутилена и определяемых веществ в воздухе, периодическая – по ПГС изобутилена в воздухе.

Первичная поверка при выпуске из производства или после ремонта (перезарядки) комплектов (устройств УП) по изобутилену проводится выборочно. Поверке подлежит партия, включающая 40 последовательно выпущенных экземпляров комплекта (устройств УП и фильтров ФКУ).

Выборка составляет 5 экземпляров комплектов по усмотрению поверителя.

Периодическая поверка комплекта проводится для каждого экземпляра.

Поверка комплектов проводится в ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева».

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	да	да
2. Опробование	6.2	да	да
3. Определение метрологических характеристик комплекта	6.3		
3.1. Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП в пересчете на:			
Изобутилен	6.3.1	да	нет
Определяемое вещество*	6.3.2	да	нет
3.2. Определение относительной погрешности	6.3.3	да	да
3.3. Определение относительного среднего квадратического отклонения воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен)	6.3.4	да	да

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
4. Определение метрологических характеристик фильтра «нулевого» воздуха ФКУ	6.4		
4.1. Определение остаточного содержания компонента в очищенном воздухе	6.4.1	да	да

Примечание: *для конкретного образца анализатора-течеискателя АНТ-3хх.

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции поверка прибора прекращается.

1.3. Значение массовой концентрации, воспроизводимое комплектом в пересчете на определяемое вещество, определяется индивидуально для каждого анализатора-течеискателя АНТ-3М с фотоионизационным детектором ФИД и заносится: при первичной поверке в раздел 8 руководства по эксплуатации анализатора-течеискателя АНТ-3хх и ДКТЦ.442269.001 РЭ (УП).

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.

Продолжение таблицы 2.

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки: номер документа, регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме	Основные метрологические характеристики
6.3	Эталонные комплексы, входящие в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011 (Б1 и Б4)	Диапазон молярной доли $1 \cdot 10^{-7} - 5 \%$, S от $7 \cdot 10^{-9}$ до $1,6 \cdot 10^{-2} \%$, Θ от $1,4 \cdot 10^{-8}$ до $2,0 \cdot 10^{-8} \%$ (при P = 0,99)
6.4.1	Рабочий эталон 1-го разряда генератор газовых смесей ГГС-03-03 по ШДЕК.418313.001 ТУ (№ 46598-11 в Госреестре РФ) в комплекте с ГСО-ПГС состава H ₂ S/N ₂ № 4283-88 в баллоне под давлением по ТУ 6-16-2956-92	Пределы допускаемой относительной погрешности $\pm (7 - 5) \%$
6.3	ГСО C ₄ H ₁₀ (изобутилен)/воздух 9128-2008 по ТУ 6-16-2956-92	Объемная доля (200±20) млн ⁻¹ , относительная погрешность не более $\pm 4 \%$
6.4.1	Поверочный нулевой газ (ПНГ) - воздух по ТУ 6-21-5-85	Остаточное содержание сероводорода и аммиака не более 0,005 мг/м ³

Продолжение таблицы 2.

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки: номер документа, регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме	Основные метрологические характеристики
6.3	Секундомер СД Спр-1-2-00 ГОСТ 5072-79	Погрешность измерений за 30 мин $\pm 0,4$ с
4.1	Термометр лабораторный ТЛ4 по ГОСТ 28498-90	Диапазон измерений (0 – 50) °С. Цена деления 0,1 °С
- « -	Барометр-анероид БАММ-1 ТУ 25-04-1678-72	Диапазон измерений 80 – 106 кПа, погрешность $\pm 0,2$ кПа
- «	Психрометр аспирационный М-34-М по ГРПИ 405132.001 ТУ	Диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %.

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в п. 2.1, но обеспечивающих определение характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в ДКТЦ.442269.001 РЭ.

3.2. К поверке прибора допускаются лица, ознакомившиеся с ДКТЦ.442269.001 РЭ.

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

3.4. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.5. При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением", утвержденные Госгортехнадзором.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5;

относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;

при температуре 20 °С

атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

(мм.рт.ст.) (от 630 до 800).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки выполнить следующие подготовительные работы:

1) подготавливают к работе комплект поверочный УП - устройство поверочное УП и фильтр «нулевого» воздуха ФКУ - в соответствии с ДКТЦ.442269.001 РЭ;

2) проверяют наличие паспортов и сроки годности ПГС;

3) баллоны с ПГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч;

4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

5) включают приточно-вытяжную вентиляцию;

5.2. Подготовить к поверке устройство УП и фильтр ФКУ в следующем порядке:

извлечь устройство УП и фильтр ФКУ из тары, после чего снять с устройства УП колпачок 6 в соответствии с рисунком В.1 ДКТЦ.442269.001 РЭ, а с

фильтра ФКУ снять крышку (5), отвернуть колпачок (2) (рисунок В.2 ДКТЦ.442269.001 РЭ;

произвести тренировку устройства УП, нажав 3 раза клапан (2) в течение 3 с.

Примечания:

1. Рабочее положение устройства УП любое, при этом отверстия на корпусе устройства УП не должны быть перекрыты.

2. Рабочее положение фильтра ФКУ должно быть вертикальное.

5.3. Выдержать устройство УП, фильтр ФКУ и средства поверки при температуре поверки 2 ч.

5.4. Проверить срок действия свидетельства о поверке средств поверки.

5.5. Рассчитать и приготовить ПГС определяемых веществ (изобутилена) в соответствии с РЭ на генератор разбавительного типа, входящий в состав эталонного комплекса Б4.

При приготовлении ПГС необходимо выполнить следующие условия:

а) массовая концентрация вещества в приготавливаемой ПГС и в ПГС от устройства УП (в пересчете на определяемое вещество или изобутилен) не должны отличаться более чем на 10 %;

б) объёмный расход приготавливаемых ПГС должен быть не менее 1,0 дм³/мин.

5.6. Собрать схему для проведения работы в соответствии с рисунком 1 (Приложение А настоящей методики поверки).

5.7. Провести пересчет объемной доли изобутилена в ПГС в массовую концентрацию.

Значение массовой концентрации изобутилена в мг/м³ при температуре 20 °С и 760 мм рт.ст. в смесях с азотом или воздухом получаются при умножении значения объемной доли изобутилена в млн⁻¹ (ppm) на коэффициент, равный 2,41.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре комплекта (устройства УП и фильтра ФКУ) должна быть проверена комплектность в соответствии с разделом 3 "Комплект поставки" ДКТЦ.442269.001 РЭ и установлено:

- наличие пломбы;
- отсутствие внешних дефектов и повреждений корпуса, а также повреждений и загрязнений надписей.

6.2. Опробование

6.2.1. При опробовании путем нажатия на клапан устройства УП должна быть выполнена проверка его работы.

Опробование считается удовлетворительным, если клапан устройства УП работает плавно и возвращается в исходное положение.

6.3. Определение метрологических характеристик комплекта

6.3.1. Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП, в пересчете на изобутилен

Определение массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП в пересчете на изобутилен, проводится методом компарирования, который заключается в сравнении выходных сигналов, полученных при последовательной подаче на компаратор ГС изобутилена в воздухе и ПГС от устройства УП, с концентрациями, отличающимися друг от друга не более, чем на 10 %.

В качестве компаратора используется эталонный хроматографический комплекс (Б1), входящий в состав ГЭТ 154-2011.

Примечание: допускается использование в качестве компаратора прибор АНТ-3, для которого относительное среднее квадратическое отклонение (СКО, S_0) результатов измерений концентрации не превышает 0,5 %.

6.3.1.1. Определение массовой концентрации вещества в пересчете на изобутилен при использовании в качестве компаратора эталонного хроматографического комплекса проводится в соответствии с Хд 1.456.443 МИ1.

6.3.1.2. Определение массовой концентрации вещества в пересчете на изобутилен при использовании в качестве компаратора прибора АНТ-3, имеющее СКО не более 0,5 % , проводится в указанной ниже последовательности:

1) собрать схему в соответствии с рис.1. (см. Приложение Б настоящей методики),

2) отвернуть заглушку гнезда КАЛИБР на передней панели прибора (компаратора),

3) установить штекер ПУЛЬТА, предназначенного для корректировки коэффициента усиления (чувствительности) прибора, в гнездо КАЛИБР,

4) присоединить к разъему прибора вилку кабеля адаптера питания, который включить в сеть, после чего нажать на кнопку ВКЛ/ВЫКЛ,

5) подать на прибор через тройник «нулевой» воздух ПНГ,

6) нажать на белую кнопку ПУЛЬТА и удерживать в нажатом состоянии до появления на индикаторе заставки КОРРЕЛЯЦИЯ К. Отпустить кнопку, после чего на индикаторе появится надпись ИЗОБУТИЛЕН.

7) нажать дважды на кнопку ПУСК на боковой панели прибора с паузой между нажатиями 2 – 3 с, после чего на экране индикатора появится заставка, в верхней строке которой отображается информация об измеренной прибором массовой концентрации, в нижней строке (справа) – численное значение коэффициента усиления, например, 0162.

8) проводить измерения через 30 мин после включения прибора,

9) на прибор через тройник подать ПГС изобутилена в воздухе с массовой концентрацией (60 ± 5) мг/м³ от генератора. Контроль расхода осуществлять ротаметром, подключенным к тройнику.

10) зафиксировать показания прибора через 15 с,

11) при несоответствии измеренной массовой концентрации изобутилена ($C_{и}$) с действительным значением ($C_{д}$) установить с помощью кнопок прибора ПУСК (увеличение) и ВЫБОР (уменьшение) коэффициента усиления, при котором $C_{и}$ будет равно $C_{д}$, после чего подачу ПГС прекратить.

12) подсоединить к прибору устройство поверочное УП, подготовленное к работе в соответствии с ДКТЦ.442269.001 РЭ. Зафиксировать максимальное показание прибора.

13) отсоединить устройство УП от прибора.

13) нажать дважды на кнопку черного цвета на ПУЛЬТЕ с паузой между нажатиями 2 – 3 с, после чего на индикаторе появится заставка ИЗОБУТИЛЕН, а коэффициент усиления будет введен в запоминающее устройство прибора.

6.3.1.3. После введения коэффициента провести (в соответствии с п.п. 6.3.1.2.5), 6.3.1.2.9), 6.3.1.2.10), 6.3.1. 2.12) подачу газов в прибор в последовательности):

ПНГ и ГС изобутилена в воздухе;

ПНГ и ПГС от устройства УП;

Число циклов - не менее 5.

Зафиксировать показания индикатора прибора. При подаче ПГС от устройства УП зафиксировать максимальное показание прибора.

6.3.1.4. Рассчитать массовую концентрацию вещества в ПГС, получаемой от устройства УП, в пересчете на изобутилен по формулам (1) и (2):

$$C_{2i} = C_1 \frac{\Delta A_2}{\Delta A_1}, \quad (1)$$

$$\bar{C}_2 = \frac{\sum_{i=1}^n C_{2i}}{5}, \quad (2)$$

где, C_{2i} - i -ое значение концентрации в ПГС, создаваемой УП, в пересчете на изобутилен, мг/м³;

C_1 - значение концентрации изобутилена в ПГС, приведенное в паспорте, мг/м³;

ΔA_1 - изменение показаний при подаче ПНГ воздуха от фильтра ФКУ и ПГС изобутилена, мг/м³;

ΔA_2 - изменение показаний при подаче ПНГ воздуха от фильтра ФКУ и ПГС, создаваемой устройством УП, мг/м³;

\bar{C}_2 - среднее арифметическое значение концентрации в ПГС от устройства УП, мг/м³.

Результаты определения считаются удовлетворительными, если значение массовой концентрации вещества в ПГС от комплекта (устройства УП) в пересчете на изобутилен находится в пределах от 25 до 1000 мг/м³.

Относительная погрешность определения C_2 не превышает $\pm 5\%$.

6.3.2. Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП, в пересчете на определяемое вещество для анализаторов-течеискателей АНТ-3хх (аммиак, ацетон, декан, гексан, бензол, бутилацетат, бутанол, винилхлорид, диметилформамид, изобутилен, ксилол, метилтретичный-бутиловый эфир, метилэтилкетон, оксид азота, бутан, пропанол, пропилен, стирол, тетрахлорэтилен, толуол, циклогексан, этанол, этилацетат, этилбензол, этилен, этилцеллозольв)

Значение массовой концентрации вещества в ПГС от устройства УП в пересчете на определяемое вещество устанавливается индивидуально для каждого прибора АНТ-3хх и заносится в руководство по эксплуатации прибора.

Определение воспроизводимых значений массовой концентрации вещества в ПГС, создаваемой устройством УП, в пересчете на определяемое вещество, проводится в соответствии п. 6.3.6 МП-242-1644-2013 «Анализатор-

течеискатель АНТ-3М. Методика поверки» или в методике поверки на анализатор-течеискатель АНТ-3хх.

Результаты определения считаются удовлетворительными, если:

значение массовой концентрации вещества в ПГС от устройства УП в пересчете на определяемое находится в пределах от 25 до 1000 мг/м³,

- размах измеренных значений концентраций C_{2i} (относительно среднего арифметического) не превышает 5 %.

В этом случае относительная погрешность устройства УП не превышает ± 10 %.

6.3.3. Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности устройства УП проводится с использованием ГС изобутилена в воздухе (при периодической поверке).

6.3.3.1. Провести определение массовой концентрации вещества в ПГС от устройства УП в пересчете на изобутилен в соответствии с п. 6.3.1.2 настоящей методики.

6.3.3.2. Рассчитать относительную погрешность устройства УП (δ_0 в %) по формуле (3)

$$\delta_0 = \frac{C_{изм} - C_n}{C_n} \times 100 \quad (3)$$

где $C_{изм}$ - измеренное значение массовой концентрации вещества (в пересчете на изобутилен), мг/м³, рассчитанное по формуле (2);

C_n - значение массовой концентрации вещества (в пересчете на изобутилен), приведенное в свидетельстве о первичной поверке комплекта, мг/м³.

Относительная погрешность УП (по изобутилену) не должна превышать ± 5 %.

6.3.4. Определение среднего квадратического отклонения воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен)

Определение среднего квадратического отклонения (S_o) воспроизводимых значений массовой концентрации (в пересчете на изобутилен) проводится одновременно с определением по п.6.3.1.

Расчет СКО (S_o в %) проводится по формуле (4)

$$S_{o_k} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{2_i} - \bar{C}_2)^2}{n \cdot (n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{C}_2} \quad (4)$$

где n – число измерений, равное 5.

СКО не должно превышать 0,5 %.

6.4. Определение метрологических характеристик фильтра «нулевого» воздуха ФКУ

6.4.1 Определение остаточного содержания компонента в очищенном воздухе

Определение остаточного содержания компонента в очищенном воздухе проводится по сероводороду с использованием эталонного комплекса Б4 в соответствии с Хд 1.456.446 МИ.

На вход фильтра ФКУ подают ПГС состава H_2S /воздух с массовой концентрацией (10 ± 1) мг/м³, приготовленной на генераторе разбавительного типа.

Выход фильтра ФКУ через стеклянный тройник подсоединяют к газоанализатору-компаратору, входящему в состав эталонного комплекса.

Расход ПГС не менее 1 дм³/мин, время пропускания ПГС через фильтр не менее 5 мин, число измерений не менее 3-х.

Остаточное содержание сероводорода в очищенном воздухе не должно превышать 0,1 мг/м³.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки комплекта составляется протокол, в котором указывается соответствие предъявленным к нему требованиям.

Форма протокола приведена в приложении Б.

7.2 При положительных результатах поверки подтверждается качество комплектов в контролируемой партии, а также считается подтвержденной возможность дальнейшего их изготовления и приёмки по той же документации, по которой они изготовлены и прошли поверку, до получения результатов очередной поверки.

7.3 Если в результате поверки обнаружено несоответствие комплекта предъявленным ему требованиям, то результаты поверки считаются отрицательными.

7.4 Повторную поверку проводят на удвоенном количестве комплектов из той же партии.

Повторная поверка проводится в объёме тех видов операций :

при которых обнаружены несоответствия комплектов установленным требованиям;

которые могли повлиять на возникновение дефектов;

по которым поверка не проводилась.

7.5 Если при повторной поверке будет обнаружено несоответствие хотя бы одной операции, комплекты бракуют, отгрузку готовых и приёмку новых комплектов временно прекращают.

7.6 После проведения мероприятий по устранению дефектов, и причин их вызывающих, на вновь изготовленных комплектах проводят поверку в полном объёме.

Допускается проводить поверку по операциям, по которым были получены неудовлетворительные результаты, и по операциям, по которым испытания не проводились.

7.7 При получении положительных результатов поверки приёмку комплектов и их отгрузку возобновляют.

7.8 На партию комплектов, прошедшую поверку, выдаётся свидетельство о поверке установленной формы.

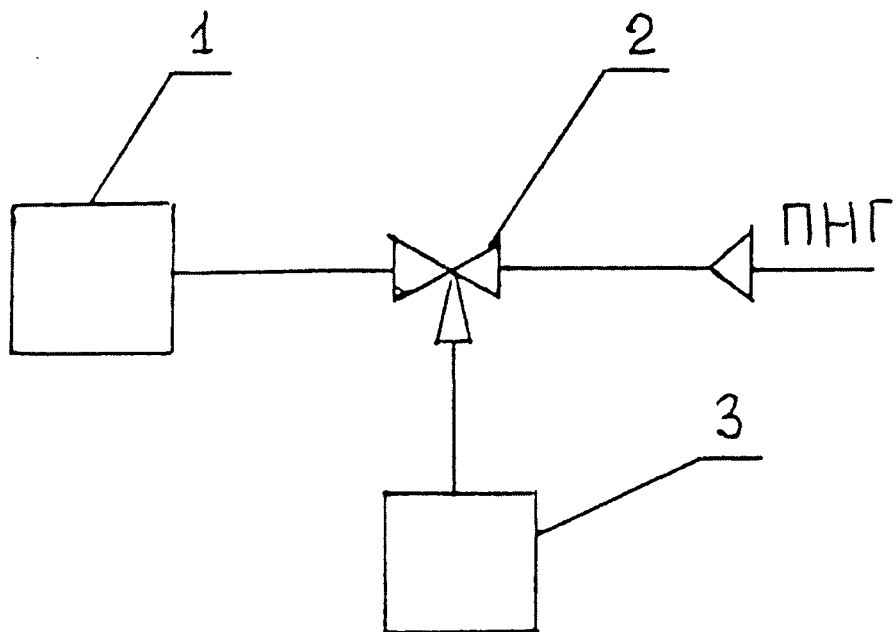


Рис. 1. Схема подключения комплекта поверочного УП и генератора к компаратору

- 1 – компаратор,
- 2 - трехходовой кран,
- 3 – комплект поверочный УП (устройство УП) или генератор

ПРОТОКОЛ

Поверки комплектов поверочных УП

Партия. № _____ Зав.№ _____

Изготовитель **ФГУП "ГосНИИхиманалит"**

Дата выпуска _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____

Давление атмосферное _____

Относительная влажность воздуха _____

Результаты поверки

Наименование параметра	Предельно-допустимое значение	Фактическое значение параметра
1. Внешний осмотр	Соответствует требованиям МП	
2. Опробование	--"--	
3. Массовая концентрация вещества в пересчете на изобутилен, мг/м ³	В диапазоне от 25 до 1000 мг/м ³	
4. Относительная погрешность (по изобутилену)	± 5 %	
7. СКО	0,5 %	
8. Остаточное содержание сероводорода в очищенном воздухе (для сероводорода)	0,1 мг/м ³	

Заключение _____

Поверитель _____

Дата поверки _____