

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

УТВЕРЖДАЮ

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



К.В. Гоголинский

2017 г.

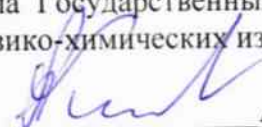
Государственная система обеспечения единства измерений

Датчики-газоанализаторы паров КРТ ДАРТ модификаций ДАРТ-К, ДАРТ-К-ВЗ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

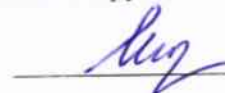
МП-242-2120-2017

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

Настоящая методика поверки распространяется на датчики-газоанализаторы паров КРТ ДАРТ модификаций ДАРТ-К, ДАРТ-К-ВЗ (далее – газоанализаторы) и устанавливает методы их первичной поверки при вводе в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

1 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2		
2.1 Проверка общего функционирования	6.2.1	да	да
2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
3.1 Определение основной погрешности	6.3.1	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 быть применены средства, указанные в таблице 2, и поверочные газовые смеси (далее – ГС), указанные в таблице А.1 приложения А.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
4, 6	Барометр-анероид контрольный М-67, ТУ 25-04-1797-75, диапазон измерений давления от 610 до 790 мм рт.ст., погрешность $\pm 0,8$ мм рт.ст.
	Гигрометр психрометрический ВИТ-2, диапазон измерения относительной влажности от 20 до 90 %, предел абсолютной погрешности от 5 до 7 %; диапазон измерения температуры от 15 до 40 °С, предел абсолютной погрешности $\pm 0,2$ °С; ТУ 25-11.1645-84
	Источник питания постоянного тока Б5-71/1ММ, диапазон выходного напряжения от 0 до 50 В, ТУ 6688-001-75414802-2009
	Мультиметр В7-80, МЕРА.411189.001 ТУ, диапазон измерений силы постоянного тока от 0 до 5 А
	Секундомер механический СОСпр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2
	IBM-совместимый компьютер со свободным COM-портом, преобразователем RS-485 в RS-232 и установленной программой "DART.exe" версии 1 и выше *
6.3	Генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р и ГГС-Т по ШДЕК.418319.009 ТУ – рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.578—2014 (регистрационный номер 62151-15),
6.3	Источник микропотока ИМ паров гидразина по ШДЕК 418319.011 ТУ

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6.3	Средства измерений и вспомогательные устройства в соответствии с МИ 243/01-2016 «Методика измерений массовой концентрации паров гидразина (гидразин-гидрата) в газовых смесях с азотом (воздухом) фотометрическим методом».
	Спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны (690 ± 10) нм, абсолютная погрешность не более ± 1 %
	Поверочный нулевой газ (ПНГ) – воздух марка Б по ТУ 6-21-5-82 в баллонах под давлением
	Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293—74 в баллоне под давлением
	Ротаметр с местными показаниями РМ-А-0,063 ГУЗ, ГОСТ 13045—81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода $0,063 \text{ м}^3/\text{ч}$, класс точности 4
	Термогигрометр электронный «CENTER» модели 311, диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %, абсолютная погрешность $\pm 2,5$ %; диапазон измерений температур (внутренний датчик) от минус 20 до 60 °С, погрешность $\pm 0,7$ °С
	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм *
	Редуктор баллонный БКО-25-1, ТУ 6-05-90-87 *
Примечания 1 Все средства поверки, кроме отмеченных знаком *, должны иметь действующие свидетельства о поверке или аттестации. 2 . Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.	

3. Требования безопасности

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

- помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;
- концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005—88;
- при работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают требования ГОСТ 949—73 и "Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением", утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- относительная влажность окружающего воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление $(101,3 \pm 4,0)$ кПа $((760 \pm 30)$ мм рт.ст.).

Примечание – Изменение давления в ходе проведения поверки не должно превышать $\pm 1,1$ кПа (± 8 мм. рт. ст.).

4.2 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие параметры анализируемых газовых смесей на входе газоанализатора:

- температура $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность $(60 \pm 3) \%$.

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) построена градуировочная характеристика оптической плотности поглотительного раствора от массы гидразин-гидрата в растворе согласно МИ 243/01-2016 (далее - МИ);

2) поверяемый газоанализатор должен быть подготовлен к работе в соответствии с руководством по эксплуатации ИБЯЛ.413411.054 РЭ1 для модификации ДАРТ-К, ИБЯЛ.413411.054 РЭ3 для модификации ДАРТ-К-ВЗ (в дальнейшем – Руководство по эксплуатации).

3) генераторы газовых смесей ГГС модификации ГГС-Р и ГГС-Т должны быть подготовлены к работе в соответствии с НД на них, средства поверки, указанные в таблице 2, - в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

4) ПНГ- воздух в баллоне должен быть выдержан в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 ч, поверяемый газоанализатор – в течение 2 ч;

5) пригодность ПНГ в баллонах под давлением должна быть подтверждена паспортами на них;

6) источник микропотоков паров гидразина ИМ должен быть подготовлен к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации (паспорта): устанавливают ИМ в термодиффузионный генератор (например, ГГС-Т) и выводят на режим при температуре, указанной в паспорте;

7) должна быть собрана газовая схема поверки, приведенная на рисунке Б.1 приложения Б, с использованием фторопластовой трубки с двумя линиями:

линия I – для создания ГС гидразина в азоте с помощью термодиффузионного генератора;

линия II – для создания увлажненного разбавительного воздуха с использованием разбавительного генератора или склянок СВТ (8), заполненных дистиллированной водой.

В линии I задается расход газа-разбавителя (азота) на выходе генератора (4), равный $300 \text{ см}^3/\text{мин}$, в соответствии с РЭ на генератор.

В линии II задается расход разбавительного воздуха в соответствии с РЭ на генератор с относительной влажностью $(60 \pm 3) \%$, создаваемой путем пропускания разбавительного воздуха через склянки (8).

Необходимая относительная влажность задается при помощи ротаметров (7) и контролируется термогигрометром (9);

8) создаются ГС с концентрациями, приведенными в таблице А1 приложения А, режимы приготовления ГС приведены в таблице А2 приложения А. Минимальный суммарный объемный расход ГС и допускаемое отклонение должны составлять $(1,7 \pm 0,1) \text{ дм}^3/\text{мин}$.

9) должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность газоанализатора.

6.1.2 Для газоанализатора должно быть установлено:

- исправность органов управления;
- четкость надписей на лицевой панели;
- наличие маркировки согласно требованиям Руководства по эксплуатации.

6.1.3 Газоанализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования

6.2.1.1 Проверка общего функционирования газоанализатора проводится при его включении в процессе самотестирования.

6.2.1.2 Результат проверки считается положительным, если по окончании прогрева газоанализатора на его лицевой панели отсутствует свечение сигнальной лампы «СИГНАЛИЗАЦИЯ».

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.2.1 Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (далее – ПО).

Идентификация ПО осуществляется посредством отображения на дисплее персонального компьютера (далее – ПК) идентификационных данных, считанных из энергонезависимой памяти газоанализатора с помощью сервисного ПО, следующим образом:

- подключить газоанализатор к ПК по каналу связи RS485;
- запустить на ПК программу «DART.exe»;
- нажать кнопку «Запустить опрос параметров»;
- проконтролировать во вкладке «Опрос параметров» появление номера версии и контрольной суммы ПО напротив соответствующих строк.

6.2.2.2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений или в разделе 1 (п. 1.2) Руководства по эксплуатации.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение основной погрешности

6.3.1.1 Определение основной погрешности проводят при поочередной подаче на газоанализатор поверочных газовых смесей определяемого компонента (гидразина) в последовательности №№ 1-2-3.

Номинальные значения содержания в ГС определяемого компонента – гидразина приведены в таблице А.1 приложения А с относительной влажностью $(60 \pm 3) \%$.

Подачу ГС на газоанализатор проводят в соответствии с рисунком Б.1 приложения Б, время подачи ГС – 20 мин.

Одновременно с подачей ГС на газоанализатор осуществляют отбор пробы для определения действительного значения массовой концентрации определяемого компонента – гидразина (по МИ), C_d в мг/м^3 , в ГС.

6.3.1.2 Отсчет установившихся показаний газоанализатора проводят по измерительному прибору, подключенному к аналоговому выходу газоанализатора.

6.3.1.3 Результат измерений содержания определяемого компонента C_i , массовая концентрация, мг/м^3 , по значению выходного токового сигнала (4 – 20) мА рассчитывают по формуле:

$$C_i = \frac{C_B}{16} \cdot (I_i - 4), \quad (1)$$

где I_i – установившееся значение выходного токового сигнала при подаче i -ой ГС, мА;
 C_B – значение содержания определяемого компонента, соответствующее верхней границе диапазона измерений, массовая концентрация, мг/м^3 .

6.3.1.4 Значение основной абсолютной погрешности газоанализатора Δ , массовая концентрация, мг/м^3 , для диапазона, в котором нормированы пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, рассчитывают по формуле

$$\Delta = C_i - C_d, \quad (2)$$

где C_i - показания газоанализатора при подаче i -ой ГС определяемого компонента, массовая концентрация, мг/м³ (рассчитаны по формуле (1));

C_d - действительное значение концентрации определяемого компонента в i -ой ГС, массовая концентрация, мг/м³, определенное по МИ.

6.3.1.5 Значение основной относительной погрешности газоанализатора δ , %, для диапазона, в котором нормированы пределы допускаемой основной относительной погрешности, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{C_i - C_d}{C_d} \cdot 100. \quad (3)$$

6.3.1.6 Результаты считают положительными, если основная погрешность газоанализатора во всех точках поверки не превышает пределов, указанных в приложении В.

7 Оформление результатов поверки

7.1 Газоанализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к эксплуатации.

7.2 Положительные результаты поверки удостоверяются в соответствии с разделом I п.4 приказа Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г. По требованию потребителя выдается свидетельство о поверке установленной формы и составляется протокол результатов поверки, рекомендуемая форма которого приведена в приложении Г.

7.3 При отрицательных результатах поверки эксплуатацию газоанализаторов запрещают и выдают извещение о непригодности установленной формы согласно действующему законодательству Российской Федерации с указанием причин непригодности.

7.4 Знак поверки наносится на левую боковую панель газоанализатора.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

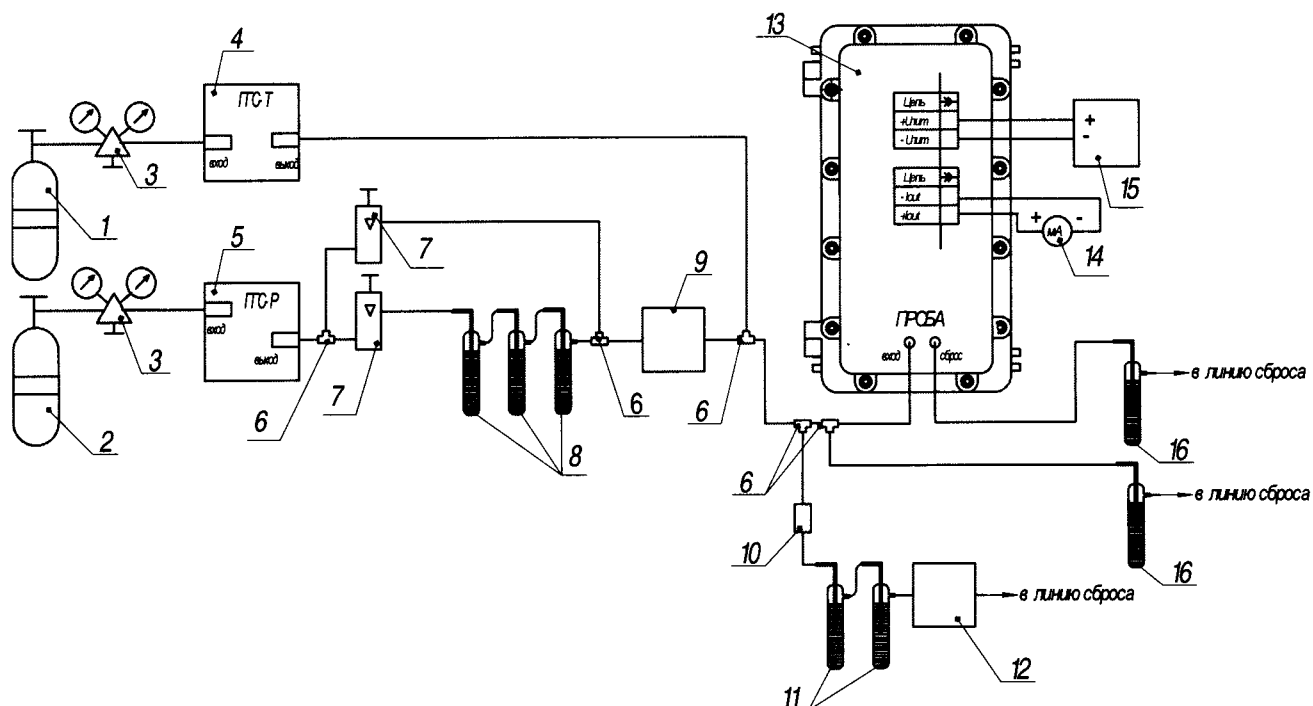
Таблица А.1 - Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей

Определяемый компонент	Диапазон измерений массовой концентрации определяемого компонента, мг/м ³	Номинальное значение массовой концентрации определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³		
		ГС №1	ГС №2	ГС №3
Гиразин N ₂ H ₄	от 0,0 до 1,0	ПНГ	0,5 ± 0,1	0,9 ± 0,1
Примечание: Относительная влажность ГС составляет (60 ± 3) %				

Таблица А.2 - Ориентировочные режимы получения ГС гидразина в увлажненном воздухе

Количество ИМ гидразина, шт	Диапазон производительности, мкг/мин	Номинальная температура термостатирования ИМ, Т _н , °С	Суммарный объемный расход ГС и допускаемое отклонение, Q ₁ ¹⁾ , дм ³ /мин	Объем ГС, пропускаемой через поглотители, дм ³	Массовая концентрация гидразина в увлажненной ГС и допускаемое отклонение С ₁ , мг/м ³
1	2,0 – 2,5	100,0	2,0 ± 0,2	5 - 10	0,5 ± 0,1
1	2,0 – 2,5	100,0	3,0 ± 0,3	5-10	0,9 ± 0,1
Примечание: ¹⁾ расход на входе тройника (6), рис.Б.1 приложение Б.					

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное)



- 1 – баллон с азотом газообразным особой чистоты ГОСТ 9293—74;
- 2 – баллон с ПНГ-воздух по ТУ 6-21-5-82;
- 3 – редуктор баллонный БКО-25-1;
- 4 – генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-Т с ИМ гидразина;
- 5 – генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-Р;
- 6 – тройник;
- 7 – ротаметр с местными показаниями РМ-А-0,063 ГУЗ;
- 8 – склянка СВТ с дистиллированной водой (объем воды в каждой склянке (75 ± 25) мл);
- 9 – термогигрометр электронный «CENTER» модели 311;
- 10 – регулируемый зажим для трубок (согласно МИ);
- 11 – поглотительные растворы (согласно МИ);
- 12 – счетчик газа (согласно МИ);
- 13 – газоанализатор (электрические и пневматические соединения показаны условно);
- 14 – мультиметр В7-80 (в режиме измерения силы постоянного тока);
- 15 – источник питания постоянного тока;
- 16 – склянка Дрекслея с насыщенным раствором хлорного железа (согласно МИ).

Примечание – Электрические соединения выполнять согласно Руководству по эксплуатации.

Рисунок Б.1 – Газовая схема для определения основной погрешности газоанализатора

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Таблица В.1 – Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализаторов

Определяемый компонент	Диапазон измерений (преобразования*) массовой концентрации, мг/м ³	Пределы допускаемой основной погрешности	
		абсолютной Δд, мг/м ³	относительной δд, %
Гиразин N ₂ H ₄	от 0,0 до 0,1 включ.	± 0,020	-
	свыше 0,1 до 1,0	-	± 20

Примечания

* Номинальная статическая характеристика преобразования газоанализатора по выходному сигналу постоянного тока I , мА, имеет вид

$$I = I_n + K_n \cdot C_{вх}, \quad (B.1)$$

где I_n – нижняя граница диапазона выходного сигнала постоянного тока, равная 4 мА;

$C_{вх}$ – действительное значение массовой концентрации определяемого компонента на входе газоанализатора, мг/м³;

K_n – номинальный коэффициент преобразования, равный 16 мА/мг/м³.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(рекомендуемое)

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 _____

3. Результаты определения основной погрешности

№ п/п	Диапазоны измерений	Пределы допускаемой основной погрешности, %		Максимальные значения основной погрешности, полученные при поверке, %	
		абсолютной	относительной	абсолютной	относительной

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

Поверку произвёл: _____

Дата поверки: _____