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

УТВЕРЖДАЮ

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

_____А.Н. Пронин

М.п. «04» сентября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы газовых смесей MGC101 модификаций MGC101, MGC101P

Методика поверки

МП-242-2299-2019

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

_____А.В. Колобова

Инженер

_____М. Ю. Горбунов

Санкт-Петербург
2019

gost.e-ecolog.ru

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы газовых смесей MGC101 модификаций MGC101, MGC101P (далее – генераторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

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
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 по каналу динамического разбавления	6.3		
3.1 Определение относительной погрешности установления и поддержания расхода газа-разбавителя и исходной газовой смеси (ГС)	6.3.1	да	да
3.2 Определение относительной погрешности коэффициентов разбавления	6.3.2	да	да
3.3 Определение относительной погрешности генератора по каналу динамического разбавления	6.3.3	да	да
4 Определение метрологических характеристик по термодиффузионному каналу	6.4		
4.1 Определение относительной погрешности установления и поддержания расхода термодиффузионного канала	6.4.1	да	да
4.2 Определение абсолютной погрешности установления и поддержания температуры в термостате	6.4.2	да	да
4.3 Определение относительной погрешности генератора по термодиффузионному каналу	6.4.3	да	да
5 Определение относительной погрешности по фотометрическому каналу (озон)	6.5	да	да
6 Определение относительной погрешности по каналу титрования в газовой фазе (диоксид азота)	6.6	да	да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

1.3 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов в соответствии с заявлением владельца, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6	Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 53505-13); Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 4 мм, толщина стенки 1 мм; Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм; Редуктор баллонный газовый одноступенчатый БКО-50-4 соответствует ГОСТ 13861.
6.3, 6.4	Калибратор расхода газа DryCal, модели FlexCal, исполнений L и M (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 70660-18);
6.4	Термометр сопротивления платиновый низкотемпературный ТСПН-4М (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 11567-88) в комплекте с преобразователем сигналов ТС и ТП прецизионный «Теркон» (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 23245-08).
6.4	Источники микропотоков газов и паров ИМ-0 NO_2, SO_2 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 73671-18).
6.3, 6.4, 6.5, 6.6	Эталонные комплексы аппаратуры для передачи размера единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах, входящие в состав вторичного эталона в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664.
6.3, 6.6	Стандартные образцы состава газовые смеси: - NO/N_2 (ГСО 10545-2014); - SO_2/N_2 (ГСО 10545-2014).
6.3	Секундомер электронный СЧЕТ-1М (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 40929-09).
6.3	Азот газообразный особой чистоты сорт 1 по ГОСТ 9293-74 в баллонах под давлением.

2.2 Допускается применение других средств поверки, не указанных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки и источники газа разбавителя (генераторы нулевого воздуха) должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО-ПГС в баллонах под давлением - действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

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

3.1.2. Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.1.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС 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.

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

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха, °С: от 15 до 25;
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха, %: от 30 до 80;
- диапазон атмосферного давления, кПа: от 84 до 106,7;
- изменение температуры окружающего воздуха за время проведения поверки не должно превышать 2 °С.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

5.1 Выдержать стандартные образцы состава – газовые смеси в баллонах под давлением и источники микропотоков газов и паров применяемые в комплекте с поверяемым генератором, в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемый генератор – в течение 2 ч.

5.2 Подготовить поверяемый генератор к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации (далее – РЭ).

5.3 Выдержать стандартные образцы состава – газовые смеси в баллонах под давлением (ГСО 10545-2014) и источники микропотоков газов и паров ИМ-0 в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, средства поверки – в течение 2 ч.

5.4 Проверить наличие паспортов и сроки годности (ГСО 10545-2014), срок действия свидетельств о поверке на средства поверки.

5.5 Подготовить к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5.6 Подготовить к работе эталонные комплексы, входящие в состав вторичного эталона.

При подготовке к работе эталонных комплексов проводятся следующие операции:

5.7 Проверить возможность приготовления на поверяемом генераторе ГС с содержанием, соответствующим (20 - 90) % диапазона измерений газоанализатора-компаратора.

5.8 Подготовить к работе калибратор DryCal, модели FlexCal, исполнений L и M в соответствии с его руководством по эксплуатации.

5.9 Пересчет массовой концентрации C, мг/м^3, в объемную (молярную) долю X, млн$^{-1}$, проводят по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_m}{M} \qquad (5.1.)$$

где V_m – молярный объем газа-разбавителя - азота или воздуха, равный 24,04 или 24,06, соответственно, при стандартных условиях (20 °С и 101,3 кПа), дм^3/моль;

M – молярная масса целевого компонента, г/моль.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие генератора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- маркировка и комплектность, соответствующая указаниям РЭ;
- четкость надписей на панелях.

6.1.2 Исходные ГС в баллонах под давлением, применяемые в комплекте с поверяемым генератором (Таблица В.1 Приложения В), должны удовлетворять следующим требованиям (по паспорту):

- срок годности ГС;
- соответствие номера баллона номеру, указанному в паспорте;
- погрешность аттестации ГС не должна превышать значений, приведенных в таблице В.1.;
- давление в баллонах должно быть не менее 1 МПа (10 кгс/см^2).

6.1.3 Источники микропотоков (ИМ) газов и паров, применяемые в комплекте с поверяемым генератором (Таблица Г.1 Приложение Г), должны удовлетворять следующим требованиям (по свидетельству о поверке:

- срок годности ИМ;
- температура, при которой определена производительность ИМ;
- соответствие номера ИМ номеру, указанному в свидетельстве о поверке;
- погрешность определения производительности ИМ не должна превышать значений, приведенных в таблице Г.1;
- ИМ должны быть заполнены веществом не менее чем на 30 % объема.

Примечание: Для исходных ГС в баллонах под давлением и ИМ газов и паров, применяемых в комплекте с поверяемым генератором, допускается проведение проверки по паспортам (свидетельствам).

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если генератор, исходные ГС в баллонах под давлением и ИМ газов и паров соответствуют перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Прогрев и проверка общего функционирования

При проверке общего функционирования генератора проверяют выполнение (отображение на дисплее) при его включении всех задаваемых команд в соответствии с РЭ.

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

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

Вывод номера версии ПО на дисплей генератора осуществляется следующим образом.

Для модификации MGC101:

- при включении генератора на его дисплее появляется сообщение «READY» (готовность прибора к эксплуатации),

- в нижней строке дисплея показываются доступные функции, которые выбираются посредством клавиш F1/F2/F3.

- нажатием на клавишу MENU (меню) проводят просмотр списка доступных функций, из которого выбирается функция "INFO", нажатием клавиши F3 осуществляется вход в функцию

- на дисплее появляется номер версии версии ПО (идентификационный номер).

Для модификации MGC101P:

- нажать клавишу «MENU» и выйти в режим "PREFS", далее листать до появления в нижней строке режима "INFO", в котором при нажатии функциональной клавиши F3 на дисплей выводится номер версии ПО (идентификационный номер).

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа средства измерений и таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	MGC101	MGC101P
Идентификационное наименование ПО	MGC101	MGC101P
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 6100-1.35-01	не ниже 6103-1.38-01
Цифровой идентификатор ПО	-	-

6.3 Определение метрологических характеристик по каналу динамического разбавления

6.3.1 Определение относительной погрешности установления расхода газа-разбавителя и исходной газовой смеси (ГС).

6.3.1.1 Определение относительной погрешности установления расхода газа-разбавителя проводят в диапазоне расходов газа-разбавителя 1 - 10 дм^3/мин методом сличения заданного расхода с действительным значением расхода, измеренным при помощи калибратора расхода газа DryCal, модели FlexCal, исполнений L и M (далее – калибратор расхода).

Измерения выполняют в следующей последовательности:

а) в соответствии с РЭ на генератор подают на вход линии газа-разбавителя азот газообразный из баллона под давлением или очищенный воздух от генератора нулевого воздуха;

б) к выходному штуцеру генератора подсоединяют калибратор расхода, при необходимости заглушив все параллельные выходы;

в) в линии газа-разбавителя в соответствии с РЭ на генератор последовательно устанавливают расход, соответствующий 10, 30, 50, 70, 90 % от верхнего предела проверяемого диапазона расходов (но не меньше нижнего предела) и проводят измерение расхода при помощи калибратора расхода;

г) повторяют операции по п. в) при уменьшении расхода от 90 до 10 %;

д) для каждого заданного значения расхода рассчитывают среднее арифметическое значение по двум измерениям, полученным при увеличении расхода по п. в) и при уменьшении расхода по п. г).

6.3.1.2 Определение погрешности установления расхода исходной ГС проводят в диапазоне расходов исходной ГС 10 - 100 см^3/мин методом сличения заданного расхода с действительным значением расхода, измеренным при помощи калибратора расхода.

На вход линии исходной ГС подают на вход линии газа-разбавителя азот газообразный из баллона под давлением или очищенный воздух от генератора нулевого воздуха, к выходному штуцеру генератора подсоединяют калибратор расхода и выполняют измерения согласно п. 6.3.1.1 в)-д).

6.3.1.3 Для диапазонов расходов газа-разбавителя и исходной ГС по всем заданным значениям расходов рассчитывают относительную погрешность установления расхода, δ_y, %, по формуле:

$$\delta_y = \frac{Q_з - Q_д}{Q_д} \cdot 100 \qquad (6.1)$$

где:

$Q_з$ - значение расхода на выходе генератора, дм^3/мин (см^3/мин);

$Q_д$ - значение расхода, измеренное с помощью калибратора расхода, дм^3/мин (см^3/мин).

Относительная погрешность установления расхода газа-разбавителя и исходной ГС не должна превышать ± 2,0 %.

6.3.2 Определение относительной погрешности поддержания расхода газа-разбавителя и исходной газовой смеси (ГС) в течение 2 ч непрерывной работы.

6.3.2.1 Определение погрешности поддержания расхода газа-разбавителя проводят для расхода, соответствующего (20 – 30) % от верхнего предела проверяемого диапазона расхода генератора. Измерение расхода проводят в соответствии с п. 6.3.1.1 в)-д) каждые 30 минут в течение 2 часов непрерывной работы генератора.

6.3.2.2 Определение погрешности поддержания расхода исходной ГС проводится для расхода (20 -30) % от верхнего предела диапазона расходов исходной ГС. Измерение расхода проводят в соответствии с п. 6.3.1.2 каждые 30 минут в течение 2 часов непрерывной работы генератора.

6.3.2.3 Рассчитывают относительную погрешность поддержания расхода газа-разбавителя и исходной ГС, $\delta_п$, %, по формуле:

$$\delta_п = \frac{Q_{макс} - Q_{мин}}{Q_{ср}} \cdot 100 \qquad (6.2)$$

где $Q_{макс}$, $Q_{мин}$ - максимальное и минимальное значение расхода, полученное в течение 2 ч, дм^3/мин (см^3/мин);

$Q_{ср}$ - среднее значение объемного расхода, полученное в течение 2 ч, дм^3/мин (см^3/мин).

Относительная погрешность поддержания расхода газа-разбавителя и исходной ГС в течение 2 ч непрерывной работы не должна превышать 1,0 %.

6.3.3 Определение относительной погрешности коэффициентов разбавления.

Определение относительной погрешности коэффициентов разбавления, $\delta_к$, %, проводится расчетным путем с использованием значений погрешностей установления расхода газа-разбавителя и исходной ГС, по формуле:

$$\delta_к = \sqrt{\delta_{y1} + \delta_{y2}} \qquad (6.3)$$

где δ_{y1} - относительная погрешность установления расхода газа-разбавителя, %,

δ_{y2} - относительная погрешность установления расхода исходной ГС, %.

Относительная погрешность коэффициентов разбавления не должна превышать ± 3 %.

6.3.4 Определение относительной погрешности генератора по каналу динамического разбавления.

Определение относительной погрешности генератора по каналу динамического разбавления проводят методом компарирования ГС, полученных при помощи эталонного генератора, входящего в состав эталонных комплексов и поверяемого генератора. При этом расхождение концентраций в ГС не должно превышать 15 %.

Компаратором служат комплексы аналитических установок (SO_2 и NO), входящие в состав вторичного эталона в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664.

6.3.4.1 На вход линии газа-разбавителя поверяемого генератора подают очищенный воздух от генератора нулевого воздуха. В качестве исходных ГС используются стандартные образцы состава - газовые смеси в баллонах под давлением ГСО SO_2 и NO, приведенные в таблице В.1. Приложения В.

6.3.4.2 Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации на генератор не менее 2-х ГС (для каждого компонента - SO_2 и NO) с концентрациями, соответствующими (20 - 90) % диапазона измерений газоанализаторов-компараторов, входящих в состав комплексов аналитических установок.

6.3.4.3 Полученную на генераторе аттестуемую ГС подают на вход газоанализатора-компаратора. В качестве аттестованной ГС используют ГС, полученную при помощи разбавительного генератора газовых смесей, входящего в состав эталонного комплекса, в комплекте со стандартными образцами состава - газовыми смесями в баллонах под давлением ГСО 10545-2014 SO_2 и NO, приведенными в таблице А.1. Приложения А.

6.3.4.4 Выполняют измерения и расчеты действительного значения объемной доли компонента в ГС в соответствии с методикой, приведенной в документации на комплексы аналитических установок входящих в состав вторичного эталона.

6.3.4.5 Рассчитывают относительную погрешность поверяемого генератора по каналу динамического разбавления, δ, %, для каждой задаваемой концентрации по формуле:

$$\delta = \frac{X_з - X_д}{X_д} \cdot 100 \qquad (6.4)$$

$X_з$ - заданное на генераторе значение объемной доли компонента в ГС, млн$^{-1}$.

$X_д$ - действительное значение объемной доли компонента в ГС, определенное на эталонном комплексе, млн$^{-1}$.

Относительная погрешность генератора по каналу динамического разбавления не должна превышать значений, приведенных в таблице Д.1. Приложения Д.

6.4 Определение метрологических характеристик по термодиффузионному каналу

6.4.1 Определение относительной погрешности установления расхода на выходе генератора для термодиффузионного канала.

Относительная погрешность установления расхода на выходе генератора для термодиффузионного канала соответствует относительной погрешности установления расхода газа-разбавителя для канала динамического разбавления и определяется в соответствии с п. 6.3.1.1.

Относительная погрешность установления расхода на выходе генератора для термодиффузионного канала не должна превышать ± 2,0 %.

6.4.2 Определение относительной погрешности поддержания расхода на выходе генератора для термодиффузионного канала в течение 2 ч непрерывной работы.

Относительная погрешность поддержания расхода на выходе генератора для термодиффузионного канала в течение 2 ч непрерывной работы соответствует относительной погрешности поддержания расхода газа-разбавителя для канала динамического разбавления и определяется в соответствии с п. 6.3.2.1.

Относительная погрешность поддержания расхода на выходе генератора для термодиффузионного канала в течение 2 ч непрерывной работы не должна превышать 1,0 %.

6.4.3 Определение абсолютной погрешности установления температуры в термостате.

Определение абсолютной погрешности установления температуры в термостате проводится с помощью образцового платинового термометра сопротивления ТСПН-4М, подключенного к преобразователю сигналов ТС и ТП прецизионного «ТЕРКОН», в следующей последовательности:

а) установить термометр сопротивления в держатель для источников микропотоков и поместить в термостатируемую камеру генератора, закрыть крышку держателя;

б) установить расход газа через термостат 100 $см^3$/мин (см. РЭ на генераторы)

в) установить температуру термостата 35 °С;

г) контролировать ход нагрева по показаниям на дисплее и через 90 мин после окончания переходного процесса зафиксировать показания термометра Тт и генератора Тг и определить абсолютную погрешность измерения температуры по формуле:

$$\Delta(t)_I = Тт - Тг, °С \qquad (6.5)$$

Абсолютная погрешность установления температуры в термостате не должна превышать ± 0,1 °С.

6.4.4 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате в течение 2 ч непрерывной работы.

Измерение температуры проводят в соответствии с п. 6.4.3 через каждые 30 минут в течение 2 часов непрерывной работы генератора.

Абсолютная погрешность поддержания температуры не должна превышать ± 0,1 °С (максимальное отклонение температуры от номинального значения).

6.4.5 Определение относительной погрешности генератора по термодиффузионному каналу

Определение относительной погрешности генератора по термодиффузионному каналу проводят методом компарирования ГС, полученных при помощи эталонного генератора, входящего в состав эталонных комплексов и поверяемого генератора. При этом расхождение концентраций в ГС не должно превышать 15 %.

Компаратором служат комплексы аналитических установок (SO_2 и NO_2), входящие в состав вторичного эталона в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664.

6.4.5.1 На вход линии газа-разбавителя поверяемого генератора подают очищенный воздух от генератора нулевого воздуха. В поверяемом генераторе используют источники микропотоков газов и паров на SO_2 и NO_2, приведенные в таблице Г.1. Приложения Г.

6.4.5.2 Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации на генератор не менее 2-х ГС для каждого из компонентов (SO_2 и NO_2) с концентрациями, соответствующими (20 - 90) % диапазона измерений газоанализаторов-компараторов, входящих в состав эталонных комплексов.

6.4.5.3 Полученную на генераторе аттестуемую ГС подают на вход газоанализатора-компаратора. В качестве аттестованной ГС используют ГС, полученную при помощи термодиффузионного генератора, входящего в состав вторичного эталона, в комплекте с источниками микропотоков газов и паров ИМ-0, приведенными в таблице Б.1. Приложения Б.

6.4.5.4 Выполняют измерения и расчеты действительного значения объемной доли компонента в ГС в соответствии с методикой, приведенной в документации на комплексы аналитических установок входящих в состав вторичного эталона.

6.4.5.5 Рассчитывают относительную погрешность поверяемого генератора по термодиффузионному каналу, δ, %, для каждой задаваемой концентрации по формуле:

$$\delta = \frac{C_з - C_д}{C_д} \cdot 100 \qquad (6.6)$$

$C_з$ - заданное на генераторе значение массовой концентрации компонента в ГС, млн$^{-1}$.

$C_д$ - действительное значение массовой концентрации компонента в ГС, определенное на эталонном комплексе, млн$^{-1}$.

Относительная погрешность генератора по термодиффузионному каналу не должна превышать значений, приведенных в таблице Д.1. Приложения Д.

6.5 Определение погрешности по фотометрическому каналу (озон)

Определение относительной погрешности генератора по фотометрическому каналу проводят методом компарирования с использованием фотометрической измерительной установки для воспроизведения единицы молярной доли озона, входящей в состав вторичного эталона в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664.

6.5.1 На вход линии газа-разбавителя исследуемого генератора подают очищенный воздух от генератора нулевого воздуха.

6.5.2 Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации на генератор не менее 3-х ГС с концентрациями, соответствующими 20, 50 и 90 % от диапазона измерений газоанализатора-компаратора, входящего в состав эталонного комплекса.

6.5.3 Полученную на генераторе аттестуемую ГС подают на вход газоанализатора-компаратора. В качестве аттестованной ГС используют ГС, полученную при помощи фотометрической измерительной установки для воспроизведения единицы молярной доли озона.

6.5.4 Выполняют измерения и расчеты действительного значения объемной доли компонента в ГС в соответствии с методикой, приведенной в документации на комплексы аналитических установок, входящих в состав вторичного эталона.

6.5.5 Рассчитывают относительную погрешность поверяемого генератора по фотометрическому каналу, δ, %, для каждой задаваемой концентрации по формуле (6.4.).

Относительная погрешность генератора по фотометрическому каналу не должна превышать значения, приведенного в таблице Д.1. Приложения Д.

6.6 Определение погрешности по каналу титрования в газовой фазе (диоксид азота).

Определение относительной погрешности генератора по каналу титрования в газовой фазе проводят методом компарирования с использованием комплекса аналитических установок (NO и NO_2), входящие в состав вторичного эталона в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664

6.6.1 На вход линии газа-разбавителя поверяемого генератора подают очищенный воздух от генератора нулевого воздуха. На вход линии исходного газа подают стандартный образец состава – газовую смесь в баллоне под давлением NO/N_2, таблица В.1. Приложения В.

6.6.2 В соответствии с РЭ генератора приготавливают ГС NO в воздухе с объемной долей 2,0 млн$^{-1}$ с допускаемым отклонением ±10 %.

6.6.3 Полученную на генераторе аттестуемую ГС подают на вход газоанализатора-компаратора и измеряют объемную долю NO (X_{1NO}, млн$^{-1}$). В качестве аттестованной ГС используют ГС, полученную при помощи разбавительного генератора газовых смесей, входящего в состав вторичного эталона, в комплекте с стандартным образцом состава – газовой смесью в баллоне под давлением ГСО 10545-2014 (NO/N_2), приведенным в таблице А.1. Приложения А.

6.6.4 Выполняют измерения и расчеты действительного значения объемной доли NO (X_{1NO}, млн$^{-1}$) в ГС в соответствии с методикой, приведенной в документации на комплексы аналитических установок входящих в состав вторичного эталона.

6.6.5 В соответствии с РЭ генератора (работа в режиме титрования) в приготовленную ГС NO в воздухе добавляют ГС озона в воздухе, в результате чего часть NO преобразуется в NO_2

6.6.6 На вход газоанализатора-компаратора подают полученную на поверяемом генераторе ГС (см.6.6.5) и измеряют объемную долю NO (X_{2NO}, млн$^{-1}$) и NO_2 (X_{NO2}, млн$^{-1}$) в соответствии с методикой, приведенной в документации на комплексы аналитических установок входящих в состав вторичного эталона. В качестве аттестованной ГС NO_2 используют ГС, полученную при помощи термодиффузионного генератора, входящего в состав вторичного эталона, в комплекте источником микропотоков газов и паров ИМ-0 NO_2.

6.6.7 Рассчитывают относительную погрешность поверяемого генератора по каналу титрования в газовой фазе δ, %, по формуле:

$$\delta = \frac{(X_{1NO} - X_{2NO}) - X_{NO_2}}{X_{NO_2}} \cdot 100 \qquad (6.7)$$

Относительная погрешность поверяемого генератора по каналу титрования в газовой фазе не должна превышать значения, приведенного в таблице Д.1. Приложения Д.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки составляется протокол поверки, в котором указывается соответствие генератора предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола поверки приведена в Приложении Е.

7.2 Генераторы, удовлетворяющие требованиям методики поверки, признаются годными к применению.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке в соответствии с установленной формой.

7.4 При отрицательных результатах поверки применение генератора запрещается и выдается извещение о непригодности.

7.5 Знак поверки наносится на корпус генератора или на свидетельство о поверке.

ПРИЛОЖЕНИЕ А.

Таблица А.1. Перечень стандартных образцов состава - газовых смесей в баллонах под давлением ГСО ПГС, применяемых совместно с эталонными комплексами, при поверке генераторов

№ п/п	Номер ГСО[1)]	Определяемый и фоновый компоненты	Молярная доля компонента, $млн^{-1}$	Относительная расширенная неопределенность (U) при коэффициенте охвата k = 2, %	Разряд в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664
1	ГСО 10545-2014	$NO+N_2$(воздух)	от 50 до 100	2	0
2	ГСО 10545-2014	SO_2+N_2(воздух)	от 50 до 100	2	0

[1)] Допускается применение стандартных образцов состава утвержденного типа с характеристиками не хуже приведенных в таблице.

Таблица Б.1. Перечень источников микропотоков, применяемых совместно с эталонными комплексами, при поверке генераторов

Тип ИМ [1)]	Компонент	Производительность, мкг/мин	Доверительная относительная погрешность[2)], % (при Р=0,95), не более
Источники микропотоков газов и паров ИМ-0 (регистрационный номер 73671-18)	NO_2 и SO_2	св. 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 15,0	±2,5 ±2,0

[1)] Допускается применение источников микропотоков утвержденного типа с характеристиками не хуже приведенных в таблице;

[2)] Относительная погрешность значений производительности, воспроизводимых ИМ-0.

Таблица В.1. Перечень стандартных образцов состава - газовых смесей в баллонах под давлением ГСО ПГС, применяемых при поверке в качестве исходных газовых смесей в комплекте с поверяемым генератором

№ п/п	Определяемый и фоновый компоненты [1)]	Молярная доля компонента, млн$^{-1}$	Относительная расширенная неопределенность (U) при коэффициенте охвата k = 2, %	Разряд в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. №2664
1	$NO+N_2$	от 50 до 100	4	1
2	SO_2+N_2	от 50 до 100	4	1

[1)] Допускается применение стандартных образцов состава утвержденного типа с характеристиками не хуже приведенных в таблице.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г.

Таблица Г.1. Перечень источников микропотоков, применяемых при поверке в комплекте с поверяемым генератором

№ п/п	Компонент [1)]	Производительность, мкг/мин	Пределы допускаемой относительной погрешности, δ, %
1	NO_2 и SO_2	св. 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 15,0	±7 ±5

[1)] Допускается применение источников микропотоков утвержденного типа с характеристиками не хуже приведенных в таблице.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д.

Таблица Д.1. Основные метрологические характеристики генераторов газовых смесей MGC101 модификации модификаций MGC101, MGC101P

Измерительный канал	Целевые компоненты	Диапазон воспроизведения объемной (молярной) доли целевого компонента, %	Пределы допускаемой относительной погрешности аттестации исходной ГС, %	Газ – разбавитель [2]	Пределы допускаемой относительной погрешности заданного значения объемной доли (молярной) целевого компонента в смеси на выходе генератора, %
Канал озона	O_3	от $1{,}5\cdot10^{-6}$ до $5{,}0\cdot10^{-5}$	-	Воздух	±7
		от $5{,}0\cdot10^{-6}$ до $1{,}0\cdot10^{-4}$	-		±7
Канал динамического разбавления	NH_3, NO, NO_2	от $5{,}0\cdot10^{-6}$ до $1{,}0\cdot10^{-3}$ включ.	±(св. 2,0 до 4,0 включ.)	Воздух	$\pm\sqrt{5^2+(\frac{\Delta(X_B)_P}{X_B}\cdot100)^2}$ [1]
	SO_2, H_2S	от $2{,}0\cdot10^{-6}$ до $1{,}0\cdot10^{-3}$ включ.			
	NO, NO_2, SO_2, H_2S, NH_3	св. $1{,}0\cdot10^{-3}$ до 0,1	±(св. 1,0 до 2,0 включ.)	Воздух, Азот	±3,0
			±(св. 2,0 до 3,0 включ.)		±4,0
			±(св. 3,0 до 4,0 включ.)		±5,0
	CO, CH_4	от $2{,}0\cdot10^{-4}$до $1{,}0\cdot10^{-2}$ включ.	±(св. 2,0 до 3,0 включ.)	Воздух, Азот	$\pm\sqrt{3{,}5^2+(\frac{\Delta(X_B)_P}{X_B}\cdot100)^2}$ [1]
			±(св. 3,0 до 4,0 включ.)		$\pm\sqrt{4{,}5^2+(\frac{\Delta(X_B)_P}{X_B}\cdot100)^2}$ [1]
		св. $1{,}0\cdot10^{-2}$ до 0,1	±(св. 1,0 до 2,0 включ.)	Воздух, Азот	±2,5
			±(св. 2,0 до 3,0 включ.)		±3,5
			±(св. 3,0 до 4,0 включ.)		±4,5
	CO_2	от $2{,}0\cdot10^{-3}$ до 0,1	±(св. 1,0 до 2,0 включ.)	Воздух*, Азот	±2,5
			±(св. 2,0 до 3,0 включ.)		±3,5
			±(св. 3,0 до 4,0 включ.)		±4,5
Термодиффузионный канал	SO_2, H_2S	от $2{,}0\cdot10^{-6}$ до $1\cdot10^{-4}$ включ.	-	Воздух	±8
		св. $1\cdot10^{-4}$ до $15\cdot10^{-4}$	-	Воздух	±6
	NO_2	от $5{,}0\cdot10^{-6}$ до $1{,}0\cdot10^{-4}$ включ.	-	Воздух	±8
		св. $1{,}0\cdot10^{-4}$ до $15\cdot10^{-4}$	-		±6
	NH_3	от $1{,}0\cdot10^{-5}$ до $1{,}0\cdot10^{-4}$ включ.	-	Воздух	±8
		св. $1{,}0\cdot10^{-4}$ до $15\cdot10^{-4}$	-		±6

Измерительный канал	Целевые компоненты	Диапазон воспроизведения объемной (молярной) доли целевого компонента, %	Пределы допускаемой относительной погрешности аттестации исходной ГС, %	Газ – разбавитель [2)]	Пределы допускаемой относительной погрешности заданного значения объемной доли (молярной) целевого компонента в смеси на выходе генератора, %
Канал титрования в газовой фазе	NO2	от 5,0·10-6 до 1,0·10-4	-	Воздух	+7

[1)] $\Delta(X_B)_P$ - абс. погрешность определения содержания целевого компонента (компонента В) в газе разбавителе, %;

X_B - требуемое значение объемной (молярной) доли компонента (компонента В) в смеси, %;

[2)] Источники получения газа – разбавителя:

- Воздух – генератор нулевого воздуха утвержденного типа;
- Воздух* – генератор нулевого воздуха утвержденного типа с объемной долей CO_2 не более 1,0 млн$^{-1}$;
- Азот – азот газообразный особой чистоты сорт 1 по ГОСТ 9293-74 в баллонах под давлением

ПРИЛОЖЕНИЕ Е.

Форма протокола поверки

Генератор газовых смесей MGC101 модификации_____

Заводской номер_____

Принадлежит_____

Дата поверки_____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха_____

атмосферное давление_____

относительная влажность воздуха_____

Результаты поверки

1 Результаты внешнего осмотра_____

2 Результаты опробования

2.1 Результаты проверки общего функционирования_____

2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения_____

3 Определение метрологических характеристик

Определяемые метрологические характеристики	Пределы допускаемой погрешности, %	Значения погрешности, полученные при поверке, %
Определение относительной погрешности установления расхода газа-разбавителя и исходной газовой смеси (ГС)	± 2	
Определение относительной погрешности поддержания расхода газа-разбавителя и исходной газовой смеси (ГС) за 2 часа непрерывной работы	± 1	
Определение относительной погрешности коэффициентов разбавления	± 3	
Определение относительной погрешности генератора по каналу динамического разбавления	см. таблицу Д.1.	
Определение относительной погрешности установления расхода термодиффузионного канала	± 2	
Определение относительной погрешности поддержания расхода термодиффузионного канала за 2 часа непрерывной работы	± 1	
Определение абсолютной погрешности установления и поддержания температуры в термостате	±0,1°С	
Определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате 2 часа непрерывной работы	±0,1°С	
Определение относительной погрешности генератора по термодиффузионному каналу	см. таблицу Д.1.	
Определение относительной погрешности по фотометрическому каналу (озон)	± 7	
Определение относительной погрешности по каналу титрования в газовой фазе (диоксид азота)	± 7	

Заключение_____

Поверитель_____

gost.e-ecolog.ru