

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР**

**ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА (ВНИИМ)**

**М Е Т О Д И К А
П О В Е Р К И
КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИХ
ВЛАГОМЕРОВ ГАЗОВ
МИ 47-75**

Цена 6 коп.

**ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1976**

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИХ ВЛАГОМЕРОВ ГАЗОВ

МИ 47—75

Настоящая методика распространяется на кулонометрические проточные влагомеры газов, находящиеся в эксплуатации, и устанавливает методы и средства их периодической поверки.

Методика не распространяется на диффузионные и циклические кулонометрические влагомеры.

Назначение и устройство кулонометрических влагомеров приведены в приложении 1.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки влагомеров необходимо выполнять следующие операции:

внешний осмотр (п. 4.1);

проверку герметичности (п. 4.2);

проверку полноты поглощения влаги из анализируемой среды чувствительными элементами (п. 4.3);

определение основной приведенной погрешности (п. 4.4);

проверку времени начала реагирования и времени установления показаний (п. 4.5);

проверку электрического сопротивления изоляции (п. 4.6).

Поверку влагомеров следует проводить воздухом или азотом.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться следующие средства поверки:

образцовая установка типа «Ангара» или поверочная установка ВНИИМ.

2.2. Порядок проведения поверки влагомеров на образцовой установке «Ангара» приведен в Инструкции по эксплуатации установки, утвержденной в установленном порядке. Описание и схема поверочной установки ВНИИМ приведены в приложении 2.

2.3. Для поверки кулонометрических влагомеров на поверочной установке ВНИИМ необходимо иметь следующее оборудование:

многопредельный миллиамперметр класса точности 0,2 (для диапазона измеряемой силы тока 0—15 мА);

мегаомметр постоянного тока класса точности 1,0 напряжением 500 В или тераомметр;

пузырьковый расходомер типа ИРГП-1 с мыльной пленкой, объем бюретки 100 см³;

секундомер класса точности 3 типа С-1 2а по ГОСТ 5072—72;

образцовые манометры класса точности 0,4 или более высокой точности с верхним пределом измерений 0,4 МПа (4 кгс/см²) — 3 шт.

термометр по ГОСТ 215—73 с пределом измерения от 0 до 50°С и ценой деления 0,1°С;

барометр-анероид типа МБ-1 или ртутный барометр;

осушительные колонки — 3 шт.;

увлажнитель;

трехходовой кран — 2 шт.;

фильтр грубой очистки;

редуктор типа РДВ 5М ТУ 03—519—66.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки влагомеров должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей и анализируемой сред $20 \pm 5^\circ\text{C}$;

относительная влажность окружающей среды $55 \pm 25\%$;

атмосферное давление 98—104,66 кПа (735—785 мм рт. ст.);

отклонение напряжения питания от номинального не более $\pm 2\%$;

отклонение давления анализируемой среды от номинального не более $\pm 3\%$.

3.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

подключить приборы к поверочной установке ВНИИМ и включить в работу согласно описаниям и инструкциям по эксплуатации;

предварительно продуть сухим азотом из баллонов все газовые коммуникации.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие влагомеров технической документации и комплектной ведомости.

4.2. Герметичность влагомеров проверяют методом фиксации спада давления. Штуцера «Выход газа» и «Байпас» (обводная линия) соединяют через тройник с манометром, имеющим пределы измерения 0—0,4 МПа (0—4 кгс/см²). На вход газового трубопровода подают сжатый газ под давлением, равным 1,5 рабочего, но

не менее 0,1 МПа (1 кгс/см²). Затем трубопровод, соединяющий источник сжатого газа и прибор, перекрывают герметичным вентилем. Схема подключения прибора к источнику газа и измерителю давления должна быть указана в технической документации, утвержденной в установленном порядке на прибор конкретного типа. Отсчет показаний манометра проводят через 15 мин, спад давления не должен превышать 2 кПа (0,02 кгс/см²).

4.3. Для проверки полноты поглощения влаги из анализируемой среды чувствительными элементами измеряют ток электролиза контрольного чувствительного элемента по методике, изложенной в технической документации, утвержденной в установленном порядке, на влагомер конкретного типа.

4.4. При определении основной погрешности влагомер выдерживают во включенном состоянии не менее 2 ч до получения установившихся показаний (при проведении поверки на конце рабочего диапазона влагомера) и не менее 8 ч (при проведении поверки на начале рабочего диапазона). Поверку рекомендуется начинать с конца рабочего диапазона.

Основную погрешность влагомера определяют путем измерений в трех точках шкалы (для однодиапазонных приборов) и в точке, соответствующей последним двум третям шкалы трех диапазонов измерений (для многодиапазонных приборов). Диапазоны измерения, на которых производят определение основной погрешности, должны соответствовать началу, середине и концу рабочего диапазона влагомера конкретного типа.

На вход поверяемого прибора подают рабочий газ влажностью, соответствующей проверяемому диапазону измерения. К выходу потока газа, проходящего через чувствительные элементы, подключают пузырьковый расходомер типа ИРГП-1. В разрыв цепи питания чувствительных элементов включают многопредельный миллиамперметр для измерения тока электролиза. После установления показаний прибора измеряют:

действительное значение температуры окружающей среды (T_A), °К;

действительное значение атмосферного давления (P_A), мм рт. ст.;

действительное значение расхода газа через чувствительные элементы (Q), см³/мин;

показания миллиамперметра I , мкА;

показания поверяемого прибора (B_n), ррт.

Действительное значение влажности газа (B_A) рассчитывают по формуле

$$B_A = \frac{19,39 \cdot I \cdot T_A}{Q \cdot P_A}, \quad (1)$$

где 19,39 — коэффициент, обусловленный выбором единиц физических величин.

Действительное значение расхода газа не должно отличаться от приведенного к условиям измерения номинального $Q_{н}^{пр}$ устанавливаемого технической документацией на влагомер конкретного типа более чем на $\pm 0,5\%$ *.

Расход газа через поверяемый прибор устанавливают с помощью регулятора расхода, расположенного в нем.

Основная приведенная погрешность поверяемого влагомера ($\delta_0\%$) рассчитывается по формуле

$$\delta_0 = \frac{B_{п} - B_{д}}{D} \cdot 100, \quad (2)$$

где D — конечное значение шкалы на установленном диапазоне измерения, млн^{-1} (ррт).

4.5. Для проверки времени начала реагирования и установления показаний на поверочной установке ВНИИМ на вход прибора через трехходовой кран б (приложение 2, черт. 1) подают газ влажностью, соответствующей первой четверти проверяемого диапазона измерения (линия 3). После установления показаний краном б прибор мгновенно переключают на газ влажностью, соответствующей последней четверти диапазона измерения (линия 1 или 2) и отмечают время переключения. По секундомеру определяют время начала реагирования, т. е. промежуток времени от момента изменения концентрации (момента переключения крана) до момента начала изменения показаний прибора.

Если поверяют прибор, в комплект которого входит самопишущий потенциометр, то выжидают, пока его стрелка установится на постоянном значении влажности, и затем по диаграммной ленте потенциометра определяют время установления показаний, т. е. промежуток времени от момента изменения концентрации до момента установления постоянных показаний.

При поверке влагомеров, в комплект которых входит только показывающий прибор, показания снимают и записывают после момента начала реагирования с интервалами 2 мин. После установления постоянного значения влажности определяют время установления показаний.

4.6. Сопротивление изоляции проверяют мегомметром постоянного тока номинальным напряжением 500 В.

* Значение расхода приводят к условиям измерения пересчетом по формуле

$$Q_{н}^{пр} = Q_{н} \cdot \frac{T_{д} \cdot 760}{P_{д} \cdot 293,15}, \quad (3)$$

где $Q_{н}^{пр}$ — номинальный расход газа, приведенный к температуре $T_{д}$ и атмосферному давлению $P_{д}$;

Q — номинальный расход газа, устанавливаемый на влагомер конкретного типа при нормальных условиях (температуре 20°C и атмосферном давлении 760 мм рт. ст.).

Проверке подвергают все цепи, электрически не связанные между собой, указанные в технической документации, утвержденной в установленном порядке на влагомер конкретного типа.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки кулонометрических влагомеров заносят в протокол поверки, форма которого приведена в приложении 3.

5.2. На приборы, признанные в результате поверки годными, выдают свидетельство о поверке.

5.3. Приборы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, бракуют и к эксплуатации не допускают. На такие влагомеры выдают извещения о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

НАЗНАЧЕНИЕ И УСТРОЙСТВО КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИХ ВЛАГОМЕРОВ ГАЗОВ

Кулонометрические влагомеры газов предназначены для измерения микроконцентраций влаги в газах, не взаимодействующих с пятиокисью фосфора P_2O_5 (например, в воздухе и газах, входящих в его состав), а также в углеводородных газах, не полимеризующихся на P_2O_5 в условиях применения прибора.

Принцип действия кулонометрических влагомеров основан на непрерывном поглощении водяного пара из точно дозируемого потока газа пленкой гигроскопического вещества и одновременном электролитическом разложении поглощенной воды на водород и кислород. В установившемся режиме сила тока электролиза является мерой концентрации влаги в анализируемом газе.

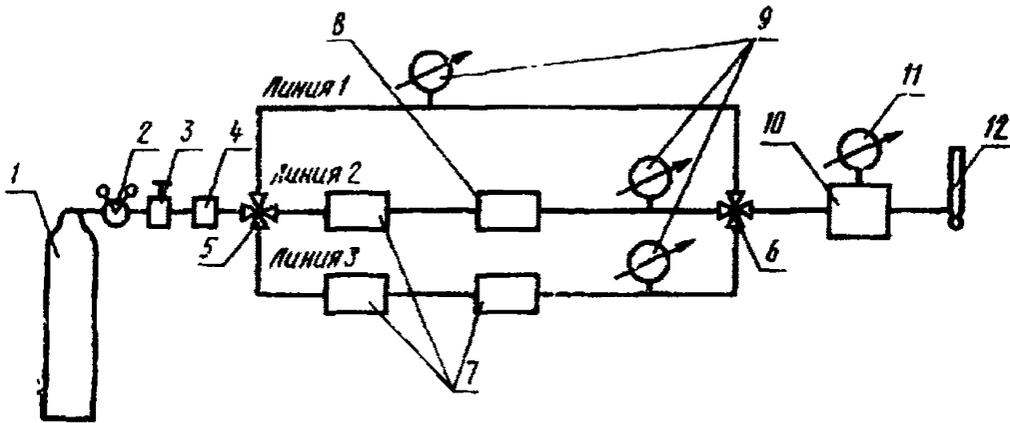
Поглощение и одновременный электролиз влаги происходят в рабочем чувствительном элементе, представляющем собой цилиндрическую фторопластовую или стеклянную трубку, во внутреннем канале которой размещены два электрода, выполненные в виде геликоидальных платиновых несоприкасающихся спиралей. Между электродами нанесена пленка частично гидратированной пятиокиси фосфора, обладающей высокой гигроскопичностью.

Для определения полноты поглощения влаги на выходе из рабочего чувствительного элемента установлен контрольный чувствительный элемент.

Конструкция влагомеров конкретных типов приведены в технических описаниях, входящих в комплект поставки.

**СХЕМА СТАЦИОНАРНОЙ ПОВЕРОЧНОЙ УСТАНОВКИ,
РЕКОМЕНДУЕМОЙ ВНИИМ,
ДЛЯ ПОВЕРКИ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИХ ВЛАГОМЕРОВ**

Схема установки изображена на черт. 1. Газ (азот или воздух) поступает из баллона 1, проходит через редуктор 2 по ГОСТ 5313—59 с манометрами на 25 и 2,5—3,0 МПа (250 и 25—30 кгс/см²), редуктор 3 типа РДВ и фильтр грубой очистки 4. В зависимости от положения трехходовых кранов 5 и 6 газ поступает в линии 1, 2 или 3. Трехходовые краны 5 и 6 рекомендуется сделать спаренными. Линия 1 создает газ влажностью 200—700 млн⁻¹ (ppm) в зависимости от давления газа в баллоне, которое в баллоне должно быть не менее 3 МПа (30 кгс/см²). В линии 2 газ проходит через осушитель 7 и увлажнитель 8, где



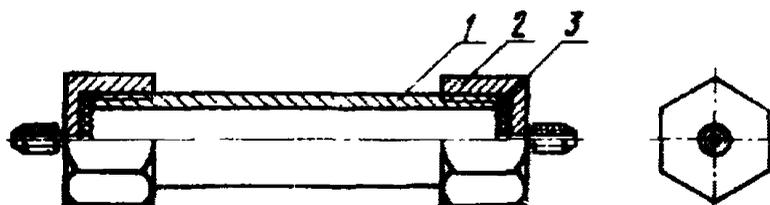
Черт. 1

может увлажняться до 500 млн⁻¹ (ppm) в зависимости от температуры. В линии 3 газ проходит через осушительные колонки, заполненные пятиокисью фосфора P_2O_5 , где он осушается до влажности 15—50 млн⁻¹ (ppm). Давление газа в линиях измеряют манометрами на 0,3—0,5 МПа (3—5 кгс/см²). Давление газа, проходящего через чувствительные элементы, должно соответствовать номинальному для поверяемого прибора каждого типа. Влажность газа, проходящего через поверяемый прибор 10, определяют расчетным путем по показаниям миллиамперметра 11 и расходомера 12. Газовый трубопровод представляет собой трубку из нержавеющей стали марки Х28Н10Г внутренним диаметром 2 мм и толщиной 1 мм. Длина подводящего газового трубопровода должна быть минимальной, так как в результате увеличения длины трубопровода увеличивается время запаздывания показаний прибора при изменении влажности газа.

Осушительная колонка (черт. 2) представляет собой металлическую трубку 1 диаметром 30—35 мм и длиной 400—500 мм с крышками с обеих сторон, на которых имеются штуцера для присоединения колонок к газовому трубопроводу. В качестве осушителя используют обезвоженную пятиокись фосфора чистую (ч), химически чистую (х. ч) или чистую для анализа (ч. д. а).

Колонки осушителем заполняют в такой последовательности. В фарфоровую чашку насыпают пятиокись фосфора. Щипцами берут стекловату и на нее наносят пятиокись фосфора, находящегося в чашке. Стекловату с нанесенной на нее

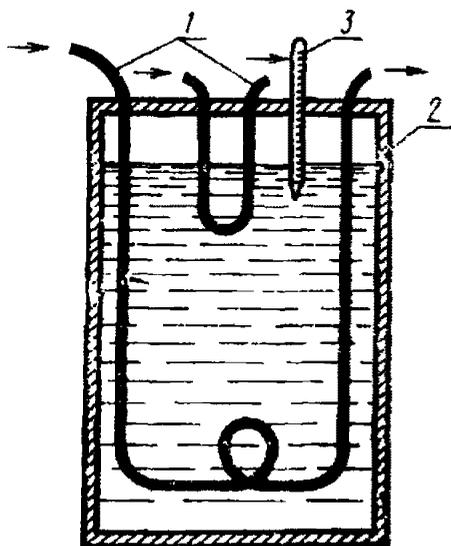
пятаюксью фосфора по длине колонки проталкивают стеклянной палочкой. Под крышками колонки помещают слой чистой стекловаты. После заполнения колонок



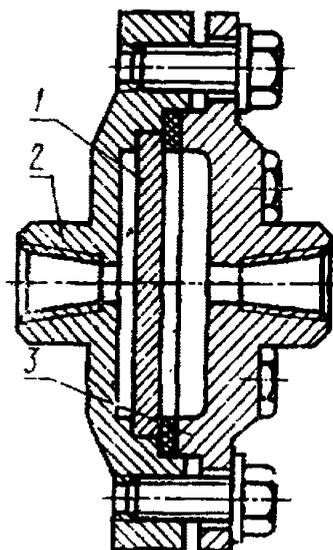
Черт. 2

выходные штуцера закрывают колпачками, и в таком состоянии колонки хранят до использования их в поверочной установке.

Принцип работы увлажнителя (генератора влажности) основан на использовании проницаемости влагой полиэтилена. Генератор влажности (черт. 3) представляет собой 2 полиэтиленовые трубки с длинами, относящимися как 10:1, помещаемые в термостат 2 с дистиллированной водой и включаемые поочередно



Черт. 3



Черт. 4

в зависимости от требуемых значений влажности. Через трубки пропускают предварительно осушенный воздух или азот. Общая длина трубок составляет приблизительно 7 м, диаметр 6 мм. Задавая при помощи контактного термометра 3 температуру термостата от 20 до 85°C, можно достигать необходимой степени увлажнения до 500 млл⁻¹ (ppm).

Заранее рекомендуем построить график зависимости влажности, создаваемой генератором, от температуры термостата $B \text{ ppm} = f (t^{\circ}\text{C})$ при постоянном значении расхода. В дальнейшем график можно использовать для установления необходимых значений влажности.

Фильтр грубой очистки (черт. 4) представляет собой фильтрующий элемент 1 (пластину из пористого никеля), заключенный в корпус 2. Корпус закрыт крышкой 3. В корпусе и крышке имеются отверстия с резьбой, в которые ввинчиваются штуцера для подсоединения фильтра к прибору.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

кулонометрического влагомера типа _____

Предприятие-изготовитель _____ год выпуска _____

Допускаемая основная приведенная погрешность _____ % _____

Комплект прибора состоит из преобразователей _____

Блока питания № _____, автоматического потенциометра № _____

и блока управления № _____

Прибор принадлежит _____

Дата поверки _____

Атмосферное давление _____ мм рт. ст. (кПа)

Температура _____ °С (°К)

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты проверки герметичности

Давление воздуха (азота), подаваемого на вход газового трубопровода _____ кгс/см² (кПа).

Давление воздуха в трубопроводе после закрывания герметичного вентиля через 2 мин _____ кгс/см² (кПа); через 17 мин _____ кгс/см² (кПа).

Падение давления за 15 мин _____ кгс/см² (кПа).

3. Определение основной приведенной погрешности

Диапазон измерений, млн ⁻¹ (ррт)	Расход газа см ³ /с (см ³ /мин)	Сила тока, мкА	Действительная влажность млн ⁻¹ (ррт)	Показания прибора млн ⁻¹ (ррт)	Основная приведенная погрешность, %

4. Результаты определения времени начала реагирования и времени установления показаний

Показания прибора при влажности 20% 50 млн ⁻¹ (ppm) млн ⁻¹ (ppm)	Показание прибора при влажности 200% 700 млн ⁻¹ (ppm), млн ⁻¹ (ppm)	Время, мин	
		начала реагирования	установления показаний

5. Определение полноты поглощения влаги рабочим кулонометрическим элементом

Диапазон измерений, млн ⁻¹ (ppm)	Показания прибора, млн ⁻¹ (ppm)	Показания прибора в положении «Контроль», млн ⁻¹ (ppm)	Полнота поглощения, %

6. Результаты проверки сопротивления изоляции

Проверяемые электрические цепи

Сопротивление, МОм

Проверку проводил _____

(подпись)

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИХ ВЛАГОМЕРОВ ГАЗОВ

МИ 47-75

Редактор Л. И. Бурмистрова
Технический редактор Л. Б. Семенова
Корректор А. С. Черноусова

Т-21824 Сдано в набор 26. 08. 75 Подп. в печ. 24. 12. 75 0,75 п. л. 0,61 уч.-изд.л.
Формат изд. 60×90^{1/16} Бум. тип. №1. Твр. 3000 Цена 6 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-22, Новопрессненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256, Зак. 2097