



УТВЕРЖДАЮ

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

Н.И. Ханов

2011 г.

РАБОЧИЕ ЭТАЛОНЫ 1-го РАЗРЯДА –  
ИСТОЧНИКИ МИКРОПОТОКОВ ПАРОВ  
**ИМ-РТ**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1140-2011

Руководитель НИО ГЦИ СИ ФГУП  
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Л.А. Конопелько

" " \_\_\_\_\_ 2011 г.

Научный сотрудник ГЦИ СИ ФГУП  
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Н.Б.Шор

" " \_\_\_\_\_ 2011 г.

2011 г.

Настоящая методика поверки распространяется на рабочие эталоны 1-го разряда - источники микропотоков паров ИМ-РТ (далее – ИМ-РТ), предназначенные для использования в качестве сменных элементов в газоаналитических и газосмесительных устройствах (термодиффузионных генераторах газовых смесей), и устанавливает методы и средства первичной поверки при выпуске из производства.

ИМ-РТ являются рабочими эталонами 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578-2008 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах» и служат для передачи единицы массовой концентрации несимметричного диметилгидразина (НДМГ) в азоте (в комплекте с термодиффузионными генераторами газовых смесей).

В случае выпуска единичных экземпляров ИМ-РТ для проведения поверки представляется каждый экземпляр.

В случае выпуска ИМ-РТ в виде партии для поверки предъявляются 10 % от количества ИМ в партии, но не менее 1 экз.

Срок действия свидетельства о первичной поверке – 12 мес.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Внешний осмотр	п. 6.1
Определение производительности ИМ-РТ	п. 6.2
Проверка относительного отклонения производительности от заданного значения	п. 6.3
Определение относительной погрешности ИМ-РТ	п. 6.4
Определение содержания основного компонента	п. 6.5

Примечание: определение по п.6.5 проводится только при инспекционной поверке ИМ-РТ.

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

1.3. По требованию заказчика для ИМ-РТ с содержанием вещества не менее 30 % от полной вместимости может быть проведена инспекционная поверка с целью продления срока годности на период не более 6 месяцев. При проведении этой поверки выполняются все операции, указанные в п.1.1.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в табл.1

Таблица 1

Номер пункта НД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.1	Линейка ГОСТ 17435-72
6.2,6.3 6.4,6.5, 6.6	<p>Эталоны сравнения – источники микропотока паров НДМГ Хд 2.706.140-ЭТ113 по ГОСТ 8.578-2008;</p> <p>Термодиффузионный генератор газовых смесей ТДГ-01 по ШДЕК.418319.001 ТУ, температура термостата: от 30 до 150 °С, погрешность задания и поддержания температуры не более <math>\pm 0,1</math> °С; относительная погрешность поддержания расхода не более <math>\pm 1</math> %.</p> <p>Компаратор - стенд испытательный г.Я. 6433.00.00.000, диапазон измерений несимметричного диметилгидразина (НДМГ) от 0,05 до 0,5 мг/м<sup>3</sup>, СКО не более 1,5 % отн.;</p> <p>Азот газообразный ГОСТ 9293-74.</p> <p>Расходомер-счетчик газа РГС-1 ШДЕК 421322.001 ТУ диапазон расходов от 0,2 до 2,0 дм<sup>3</sup>/мин, пределы относительной погрешности <math>\pm 1</math> %</p> <p>Секундомер СОП пр-2а-3, ГОСТ 5072-79</p> <p>Термометр ТЛ-4, цена деления 0,1 °С, ГОСТ 28498-90</p> <p>Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79.</p> <p>Психрометр аспирационный МБ-4М, ГОСТ 6353-52, диапазон измерений относительной влажности 10-100%</p> <p>Часы 60ЧП, погрешность суточного хода не более <math>\pm 0,1</math> мин</p> <p>Эксикатор, пинцет</p>

2.2 Все средства поверки должны иметь действующее свидетельства о поверке.

2.3 Оборудование, приведённое в таблице 1, может быть заменено аналогичным, обеспечивающим требуемую точность и пределы измерений (кроме эталонного комплекса).

## 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано precisely-вытяжной вентиляцией.

3.2 При работе с ИМ-РТ необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с токсичными и ядовитыми веществами.

3.3 Требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утверждённые Госгортехнадзором от 11.06.2003 г. (ПБ 03-576-03).

3.4 При работе с ИМ-РТ сброс газовых смесей должен производиться через поглотитель, заполненный 5%-ым раствором хлорного железа и расположенный в вытяжном шкафу.

3.5 ИМ-РТ нельзя подносить к лицу, вскрывать, перезаряжать, подвергать ударам и изгибам, отбирать, смачивать, нагревать до температуры, превышающей указанную в паспорте, и охлаждать ниже минус 5 °С.

#### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:  
температура окружающей среды  $(293 \pm 5)$  К  
атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа  
относительная влажность воздуха от 30 до 80 %

#### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Эталоны сравнения и испытываемые ИМ-РТ выдержать в помещении, где проводятся испытания не менее 12 часов.

5.2. Подготовить к работе компаратор согласно руководству по эксплуатации.

5.3. Подготовить генератор газовых смесей к работе согласно руководству по эксплуатации. Установить необходимый расход в линии газа-разбавителя и в линии термостата и температуру, соответствующую указанной в паспорте на ИМ-РТ.

Примечание: Расход, устанавливаемый на генераторе, должен соответствовать требованиям по расходу газоанализатора-компаратора. При отсутствии в генераторе сброса подачу газовой смеси проводят с применением байпасной линии (тройника) с контролем сброса избыточной газовой смеси по ротаметру.

5.5. Установить расход газа-разбавителя, нажав соответствующую кнопку задания расхода генератора таким образом, чтобы показания компаратора при подаче газовой смеси соответствовали последней трети диапазона измерений.

5.6. Прогреть генератор и компаратор в течение 2-х часов. При необходимости откорректировать нулевые показания компаратора.

Примечание: Пересчет объемной доли ( $\text{млн}^{-1}$ ) в массовую концентрацию компонента ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) проводится с использованием коэффициента, равного 2,5 (при 20 °С и 760 мм рт. ст.).

5.7. После окончания всех настроек по п.п. 5.1-5.6 осуществляется передача единицы массовой концентрации НДМГ в азоте путем проведения поверки.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

соответствие маркировки и комплектности источников микропотоков ИМ-РТ требованиям к НДС;

отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность ИМ-РТ.

ИМ-РТ считается выдержавшими внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным требованиям.

### 6.1.2 Проверка заполнения ИМ-РТ

Проверку заполнения ИМ-РТ проводить измерением с помощью линейки с ценой деления не более 1,0 мм.

Результаты проверки считаются положительными, если ИМ заполнен веществом не менее, чем на 70 % от полной вместимости.

### 6.2 Определение производительности ИМ-РТ

Определение производительности ИМ-РТ проводят методом компарирования, который заключается в сравнении выходных сигналов газоанализатора-компаратора, полученных при последовательной подаче на него аттестованной (от эталона сравнения) и аттестуемой газовой смеси (ГС), создаваемой поверяемым ИМ-РТ. При этом расхождение концентраций в ГС не должно превышать 15 %.

6.2.1. Поместить эталон сравнения в термостат генератора, продуваемый газом-носителем (азотом газообразным по ГОСТ 9293 – 74).

6.2.2. Выдержать эталон сравнения в данных условиях не менее 30 мин, затем подать газовую смесь с генератора на компаратор и через 5 минут зафиксировать показания газоанализатора или провести определение концентрации в соответствии с РЭ на компаратор.

Примечание: ИМ-РТ – эталоны сравнения и испытуемые ИМ-РТ предварительно выдерживают не менее 2 ч в генераторе (можно в другом) при температуре  $T_n$ .

6.2.3. Изъять из термостата эталон сравнения и поместить в термостат испытываемый ИМ-РТ. Затем повторить все операции согласно п.6.2.2.

6.2.4. Провести операции по п.п.6.2.1-6.2.3 не менее 3-х раз.

6.2.5. Рассчитать значение производительности ( $G^1_{ИЗМ}$ ) испытываемого ИМ-РТ для каждого цикла измерений по формуле:

$$G^1_{ИЗМ} = \frac{A \cdot G_0}{A_0}, \quad (6.1)$$

где  $G^1_{ИЗМ}$  – значение производительности, рассчитанное по данным первого цикла измерений, мкг/мин;

$A$  – показания газоанализатора при подаче газовой смеси, создаваемой с помощью испытываемого ИМ-РТ, мг/м<sup>3</sup> (ppm);

$A_0$  – показания газоанализатора при подаче газовой смеси, создаваемой с помощью эталона сравнения, мг/м<sup>3</sup> (ppm);

$G_0$  – значение производительности эталона сравнения, указанное в паспорте данного ИМ-РТ, мкг/мин.

6.2.7 Определить среднее арифметическое значение производительности испытываемого ИМ-РТ по формуле:

$$G_{\text{изм}} = \frac{G_{\text{изм}}^1 + G_{\text{изм}}^2 + G_{\text{изм}}^3}{3}, \quad (6.2)$$

где  $G_{\text{изм}}$  – значение производительности испытываемого ИМ-РТ, мкг/мин;  
 $G_{\text{изм}}^1 \dots G_{\text{изм}}^3$  – значения производительности рассчитанные по формуле (6.1) при каждом из трех измерений, мкг/мин.

Результаты проверки считаются положительными, если значение производительности ИМ-РТ находится в диапазоне (0,1 – 1) мкг/мин.

6.3 Проверка относительного отклонения производительности от заданного значения.

Проверка относительного отклонения производительности от заданного значения ( $D$  в %) проводится расчётным путём по формуле

$$D = \frac{G_0 - G_n}{G_0} * 100 \quad (6.3)$$

Где  $G_0$  – значение производительности при заказе, мкг/мин  
 $G_n$  – значение производительности ИМ-РТ при температуре термостатирования, мкг/мин

Результаты проверки считаются положительными, если значение допускаемого относительного отклонения производительности от заданного значения не превышает  $\pm 15$  %.

6.4 Определение относительной погрешности ИМ-РТ

6.4.1 Относительная погрешность ИМ-РТ определяется одновременно с определением производительности по п.6.2.

Относительная погрешность рассчитывается по формуле

$$\delta = \frac{G_{\text{изм}} - G_n}{G_n} * 100, \% \quad (6.4)$$

где  $G_{\text{изм}}$  – измеренное значение производительности, мкг/мин,  
 $G_n$  – значение производительности, приведённой в паспорте на ИМ-РТ, мкг/мин

6.4.2 Результаты определения считаются положительными, если значения относительной погрешности не превышают  $\pm 5$  %.

6.5. Определение содержания основного компонента (при проведении инспекционной поверки)

Определение содержания основного компонента в веществе, находящемся в ИМ-РТ, проводится в соответствии с п. 6.2.

Результаты определения считаются положительными, если выполняется условие:

$$\left| \frac{G_{и} - G_{н}}{G_{н}} \right| \cdot 100 \leq 5, \% \quad (6.5)$$

где  $G_{и}$  – измеренное значение производительности, мкг/мин,  
 $G_{н}$  – значение производительности, приведенное в свидетельстве о первичной поверке на данный ИМ-РТ, мкг/мин.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки источников микропотоков ИМ-РТ составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие ИМ-РТ предъявленным к нему требованиям.

Форма протокола приведена в приложении А.

7.2 В случае выпуска экземпляров ИМ-РТ одного исполнения в виде партии при положительных результатах поверки подтверждается качество ИМ-РТ 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 партии обнаружено несоответствие ИМ-РТ предъявленным ему требованиям, то результаты поверки считаются отрицательными.

7.4 Повторную поверку проводят на удвоенном количестве ИМ-РТ из той же партии.

Повторная поверка проводится в объёме тех видов операций :

при которых обнаружены несоответствия ИМ-РТ 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, ИМ-РТ бракуют, отгрузку готовых и приёмку новых ИМ-РТ временно прекращают.

7.6 После проведения мероприятий по устранению дефектов, и причин их вызывающих, на вновь изготовленных ИМ-РТ 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 ИМ-РТ и их отгрузку возобновляют.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Источник микропотоков \_\_\_\_\_

Зав. номер \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки: температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ К;  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %

Обозначение документа на МП: МП-242-1140-2011.

Средства поверки: \_\_\_\_\_

## РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

2. Результаты определения производительности \_\_\_\_\_

---

3. Результаты проверки относительного отклонения производительности от заданного значения.

---

4. Результаты определения относительной погрешности ИМ-РТ \_\_\_\_\_

---

5. Заключение \_\_\_\_\_

---

Поверитель \_\_\_\_\_  
(подпись)