

УТВЕРЖДАЮ



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

К.В. Гоголинский


2016 г.


ИСТОЧНИКИ МИКРОПОТОКОВ ГАЗОВ И ПАРОВ
ИМ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-0578-2007
(с изменением № 1)

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


Л.А. Конопелько
" " _____ 2016 г.

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

Н.Б. Шор
" " _____ 2016 г.

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на меры - источники микропотоков газов и паров ИМ (в дальнейшем - ИМ) и устанавливает методы и средства первичной поверки при выпуске из производства.

ИМ являются рабочими эталонами 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578 и применяются в термодиффузионных генераторах газовых смесей.

Поверке подлежат экземпляры ИМ, соответствующие каждому исполнению (в соответствии с ИБЯЛ. 418319.013 ТУ).

В случае выпуска единичных экземпляров одного исполнения ИМ для проведения поверки представляется каждый экземпляр либо изготавливаются дополнительные экземпляры ИМ – по 1 экз. для каждого исполнения.

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

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Внешний осмотр	п. 6.1
Определение производительности ИМ	п. 6.2
Проверка относительного отклонения производительности от заданного значения	п. 6.3
Определение относительной погрешности температурного коэффициента	п. 6.4
Определение относительной погрешности ИМ)	п. 6.5

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

1.3. По требованию заказчика для ИМ с содержанием вещества не менее 30 % от полной вместимости может быть проведена первичная поверка.

1.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.1 6.2,6.3 6.4,6.5	<p>Линейка ГОСТ 17435-72</p> <p>Установки (комплексы), входящие в состав Государственного первичного эталона ГЭТ 154-2001 единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах и включающие в себя:</p> <ul style="list-style-type: none"> - газоанализатор-компаратор, среднее квадратическое отклонение (S_o) не более 1%, - термодиффузионный генератор газовых смесей - температура термостата: от 30 до 150 °С, погрешность задания и поддержания температуры не более $\pm 0,1$ °С; относительная погрешность поддержания расхода не более ± 1 %; - источники микропотоков ИМ – эталоны сравнения (эталонные материалы ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» №№ 06.05.001 – 06.05.060 в соответствии с МИ 2590-2006), относительная погрешность не более $\pm (1,5 - 5)$ %. <p>Газ поверочный нулевой ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный ГОСТ 9293-74, или генератор нулевого воздуха ГНГ-01 по ШДЕК.418312.001 ТУ;</p> <p>Счётчик газовый типа ГСБ 400 ТУ 25-04-2261-75</p> <p>Расходомер-счетчик газа РС-1 ШДЕК 421322.001 ТУ диапазон расходов от 0,2 до 2,0 дм³/мин, пределы относительной погрешности ± 1 %</p> <p>Секундомер СОП пр-2а-3, ГОСТ 5072-79</p> <p>Термометр ТЛ-4, цена деления 0,1 оС, 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 $\pm 0,1$ мин</p> <p>Азот газообразный ГОСТ 9293-74.</p> <p>Сжатый воздух кл. 0 или кл. 1 ГОСТ 17433-80.</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 источников микропотоков ИМ-эталонов сранения).

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

3.2 Помещение, в котором проводится поверка должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.3 При работе с ИМ необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе со сниженными газами, токсичными и ядовитыми веществами.

3.4 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).

3.5 При работе с ИМ сброс газовых смесей должен производиться в вытяжной шкаф.

3.6 ИМ нельзя подносить к лицу, вскрывать, перезаряжать, подвергать ударам и изгибам, отбирать, смачивать, нагревать до температуры, превышающей 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 ± 5) К

атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа

относительная влажность воздуха от 30 до 80 %

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

газоанализатор-компаратор и термодиффузионный генератор, должны быть подготовлены к работе в соответствии с НД на них;

пригодность источников микропотоков ИМ-эталонов сравнения – должна быть подтверждена паспортами, выданными ФГУП «ВНИИМ им.

Д.И. Менделеева». Содержание вещества в ИМ должно быть не менее 10% от полной вместимости.

должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:
соответствие маркировки и комплектности источников микропотоков ИМ требования к НДС;

отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность ИМ.

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

6.1.2 Проверка заполнения ИМ

Проверку заполнения ИМ 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

Определение производительности проводится методом компарирования в соответствии с методикой, приведённой в приложении № 1.

ПРИМЕЧАНИЕ: допускается применять другие методики (основанные на методе компарирования), прошедшие метрологическую аттестацию в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

6.3 Проверка относительного отклонения производительности от заданного значения.

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

$$D = \frac{G_0 - G_n}{G_0} * 100 \quad (6.1)$$

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

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

6.4 Определение относительной погрешности температурного коэффициента

6.4.1 ИМ поместить в термостат термодиффузионного генератора, установить температуру T_n и включить генератор.

Через 2 часа подать газовую смесь с генератора на газоанализатор-компаратор и через 5 мин зафиксировать показания газоанализатора (Π_n)

6.4.2 Затем поочередно устанавливать температуру (T_1), указанную в таблице 2

Таблица 2

Номинальная температура, T_n , °C	Температура T_1 , °C
$30,0 \pm 0,2$	$35,0 \pm 0,2$
$35,0 \pm 0,2$	$30,0 \pm 0,2$
$40,0 \pm 0,2$	$35,0 \pm 0,2$

Примечания: 1. Для органических веществ температура устанавливается

$$(T_n - 5), T_n, (T_n + 5) \text{ } ^\circ\text{C}$$

2. Для сероводорода T_n должна составлять 30 и 35 °C.

После установки температуры через 2 часа подавать газовую смесь на газоанализатор и через 5 мин фиксировать его показания (Π_1)

6.4.3 Вычислить значение температурного коэффициента (α' в град⁻¹) по формуле :

$$\alpha' = \frac{\lg \frac{\Pi_1}{\Pi_n}}{T_1 - T_n} \quad (6.2)$$

Где Π_1, Π_n – показатели газоанализатора-компаратора, мг/м³;

T_n, T_1 – изменение температуры, °C.

6.4.4 Вычислить среднее арифметическое значение температурного коэффициента по формуле

$$\bar{\alpha} = \frac{\alpha' + \alpha'' + \alpha''' + \dots}{n} \quad (6.3)$$

где n – число полученных значений температурного коэффициента.

6.4.5 Проверить выполнение условия

$$\left| \frac{(\alpha')^{\max} - (\alpha')^{\min}}{\bar{\alpha}} \right| \cdot 100 < 15, \quad (6.4)$$

где $(\alpha')^{\max} - (\alpha')^{\min}$ – наибольшее и наименьшее из полученных значений температурного коэффициента.

6.4.6 Вычислить относительную погрешность температурного коэффициента (δ_{α}) по формуле

$$\delta_{\alpha} = \left| \frac{\bar{\alpha} - \alpha}{\alpha} \right| * 100, \quad (6.5)$$

где α - значение температурного коэффициента, приведённого в табл. 3.1 паспорта на ИМ ИБЯЛ. 418319.013 ПС.

6.4.7 Результаты определения считаются положительными, если значение относительной погрешности температурного коэффициента не превышает $\pm 10\%$.

6.5 Определение относительной погрешности ИМ

6.5.1 Относительная погрешность ИМ определяется путём измерения производительности ИМ по методике, приведённой в приложении 1, компарированием с источником микропотоков ИМ – эталоном сравнения.

Относительная погрешность рассчитывается по формуле

$$\delta = \frac{G_{\text{И}} - G_{\text{Н}}}{G_{\text{Н}}} * 100, \% \quad (6.6)$$

где $G_{и}$ – измеренное значение производительности, мкг/мин,
 $G_{н}$ – значение производительности, приведённой в паспорте на
ИМ, мкг/мин

6.5.2 Результаты определения считаются положительными, если значения относительной погрешности не превышают $\pm 7\%$ для ИМ с $G < 1,0$ мкг/мин и $\pm 5\%$ для ИМ с $G \geq 1,0$ мкг/мин.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

Форма протокола приведена в приложении 2.

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

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

Повторная поверка проводится в объёме тех видов операций :
при которых обнаружены несоответствия ИМ 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 бракуют, отгрузку готовых и приёмку новых ИМ временно прекращают.

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

7.8. В случае выпуска единичных экземпляров одного исполнения ИМ и представления на поверку дополнительных экземпляров ИМ данного исполнения при положительных результатах поверки подтверждается качество каждого единичного экземпляра ИМ.

7.9 На партию ИМ одного исполнения или на каждый единичный экземпляр ИМ, прошедших поверку, выдаётся свидетельство о поверке установленной формы со сроком действия 1 год.

7.9. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ ИМ МЕТОДОМ
КОМПАРИРОВАНИЯ.

1.1. Определение производительности источников микропотоков ИМ методом компарирования проводится с использованием газоанализатора-компаратора, генератора (рабочего эталона 1-го разряда), входящих в состав ГЭТ 154-2001, и источников микропотоков – эталонов сравнения (эталонные материалы ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» №№ 06.05.001 – 06.05.060 в соответствии с МИ 2590-2006).

1.2. Определение производительности проводить следующим образом:

1) газоанализатор-компаратор, генератор, источники микропотоков выдержать в помещении, где проводятся испытания не менее 12 ч;

2) подготовить к работе газоанализатор-компаратор согласно его техническому описанию и инструкции по эксплуатации;

3) подготовить термодиффузионный генератор (ТДГ-01, ГДП-01 или ГДП-102) к работе согласно его техническому описанию и инструкции по эксплуатации, установить для генераторов расход газа-разбавителя равным $300 \text{ см}^3/\text{мин}$ и расход в линии термостата равным $(100 \pm 20) \text{ см}^3/\text{мин}$;

4) поместить аттестованный ИМ (эталон сравнения) в термостат генератора, продуваемый газом-носителем (газ поверочный нулевой - воздух ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный ГОСТ 9293-74, или генератор нулевого воздуха ГНГ-01 по ШДЕК.418312.001 ТУ;

производительность испытуемого ИМ не должна отличаться от производительности аттестованного ИМ более, чем на 30 %.

Установить температуру термостата (T_n), указанную в табл.1 паспорта на испытуемый ИМ;

5) прогреть генератор и газоанализатор в течение 2 ч;

6) установить расход газа-разбавителя, нажав соответствующую кнопку переключателя «300, 600, 1200» генератора (или плавно меняя расход для генераторов ТДГ-01 и ГДП-102), таким образом, чтобы показания газоанализатора при подаче газовой смеси соответствовали последней трети диапазона;

7) в течение 2 ч выдержать ИМ в данных условиях, затем подать газовую смесь с генератора на газоанализатор и через 5 мин зафиксировать показание газоанализатора;

8) изъять из термостата аттестованный ИМ и поместить в термостат испытуемый ИМ,

затем повторить все операции согласно п.1.2.(6);

9) Изъять из термостата испытуемый ИМ и вновь поместить в термостат аттестованный ИМ, и повторить все операции согласно п.1.2 (6);

10) рассчитать значение производительности ($G_{\text{изм}}$) испытываемого ИМ по данным первой серии измерений по формуле

$$G_{\text{изм}}^1 = \frac{A * G_0}{A_0}, \quad (1)$$

Где $G_{\text{изм}}^1$ - значение производительности, рассчитанное по данным первой серии измерений, мкг/мин;

A – показания газоанализатора при подаче газовой смеси, создаваемой с помощью испытываемого ИМ, мг/м³

A_0 - показания газоанализатора при подаче газовой смеси, создаваемой с помощью аттестованного ИМ, мг/м³;

G_0 – значение производительности аттестованного ИМ (эталоны сравнения), приведённого в паспорте на данный ИМ, мкг/мин;

11) необходимо провести всего три серии измерений и расчётов, изложенных в п.п. 1.2.(6)...1.2.(9);

12) определить среднее арифметическое значение производительности испытываемого ИМ по формуле

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

где $G_{\text{изм}}$ - значение производительности испытываемого ИМ, мкг/мин;

$G_{\text{изм}}^1 \dots G_{\text{изм}}^3$ - значение производительности, рассчитанные по формуле 1 при каждом из трёх измерений, мкг/мин;

13) проверить выполнение условия

$$\frac{G_{\text{изм}}^{\text{max}} - G_{\text{изм}}^{\text{min}}}{G_{\text{изм}}} \cdot 100 < 5 \quad (3)$$

Если данное условие не выполняется, то необходимо повторить все три серии измерений и провести расчёты согласно формулам (1), (2), (3).

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Источник микропотоков _____

Зав. номер _____

Дата поверки _____

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты определения производительности _____

3. Результаты проверки относительной погрешности температурного коэффициента _____

4. Результаты определения относительной погрешности ИМ _____

5. Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)