

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

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Н.Н. Пронин
2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

КАЛИБРАТОРЫ РАСХОДА ГАЗА DRYCAL

Методика поверки

МП-242-2089-2017

Заместитель руководителя
научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
А.В. Колобова

Инженер  А.А. Нечаев

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на все вновь изготавливаемые/ввозимые калибраторы расхода газа DryCal (далее – калибраторы), предназначенные для измерения расхода газа и применяемые для градуировки расходомеров и регуляторов расхода газа, а также для их калибровки и поверки при выпуске из производства или ремонта, в процессе эксплуатации или после хранения.

Интервал между поверками – один год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, приведенные 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 Проверка герметичности	6.2.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3		
4 Определение метрологических характеристик:	6.4	Да	Да
4.1 Определение диапазонов и относительной погрешности измерения расхода газа калибраторов расхода газа DryCal	6.4.1, 6.4.2	Да	Да

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

2 Операции и средства поверки

2.2 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6	Прибор комбинированный Testo-622, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100%, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,0$ %, диапазон измерений температуры от минус 10 до плюс 60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,4$ °С, диапазон измерений атмосферного давления от минус 300 до 1200 гПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 3,0$ гПа. Азот газообразный азот высокой чистоты (особой чистоты по ГОСТ 9293-74 или ТУ 2114-004-05798345-2009, ТУ 6-21-39-96). Редуктор баллонный газовый одноступенчатый БКО-50-4 соответствует ГОСТ 13861.

6.4.1	Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм. Вентиль точной регулировки расхода газа ВТР-4 по ГОСТ Р 50460-92 Калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800, диапазон измерений от 2 см ³ /мин до 50 дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерений ±0,2 %, рег. номер 37946-08.
6.4.2	Весы лабораторные электронные LP 1200S (Sartorius), соответствующие специальному классу точности по ГОСТ Р 53228-2008. Весы лабораторные электронные LP 8200S (Sartorius), соответствующие специальному классу точности по ГОСТ Р 53228-2008. Баллон малолитражный алюминиевый БД 12-4-9,8 вместимостью 4 дм ³ по ТУ 1411-016-03455343-2004. Баллон аэрозольный алюминиевый вместимостью 1 дм ³ по ТУ 6-40-5793417-09-89, ГОСТ 26220. Секундомер электронный «СЧЕТ 1М», рег. номер 40929-09. Регулятор расхода газа тепловой модели EL-FLOW (Bronkhorst High-Tech B.V.) диапазон регулирования расхода газа от 2 см ³ /мин до 100 дм ³ /мин. Редуктор БКО-50-2, ГОСТ 13861, ТУ 3645-026-00220531-95. Редуктор БАО-5-1,5 ТУ 3645-006-39463397-99.

2.3 Допускается использовать средства поверки, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.4 Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 Требования безопасности

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

3.2 При работе с газами в баллонах под давлением должны соблюдаться «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором.

3.3 При работе с электроустановками должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правила технической безопасности электроустановок потребителей», утвержденные Госгортехнадзором России, и требованиями ГОСТ 12.2.007.0-75.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха, °С: от 15 до 25;
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха, %: не более 80 %;
- диапазон атмосферного давления, кПа: от 84 до 106,7.

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) калибраторы должны быть подготовлены к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.
- 2) калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800 должен быть подготовлен к работе в соответствии с НТД на него.
- 3) баллон с газом (азотом, воздухом) должен быть выдержан при температуре помещения, где проводится поверка, $(293 \pm 5) \text{ К}$:
 - баллон вместимостью $40 \text{ дм}^3 - 8 \text{ ч}$;
- 4) 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 калибратора требованиям НТД;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность прибора;
- четкость всех надписей на лицевой панели прибора;
- исправность органов управления, настройки (кнопки, переключатели, тумблеры).

Калибратор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования

При проверке общего функционирования включить калибратор. Визуально проверить работоспособность жидкокристаллического экрана: четкость изображения, наличие подсветки. Согласно РЭ на калибратор проверить работоспособность клавиатуры калибратора путем перехода в меню «Setup/About». Проверить в меню «Setup/About» соответствие модели калибратора и серийный номер надписям на шильде на нижней панели калибратора.

Результаты проверки общего функционирования считаются положительными, если дисплей и клавиатура функционируют согласно РЭ на калибратор и информация в меню Setup/About соответствует надписям на шильде на нижней панели калибратора.

6.2.2 Проверка герметичности (процедура контроля утечки)

В соответствии с разделом РЭ «Диагностика» инициализировать процедуру контроля утечки.

Калибратор считается выдержавшим испытание, если в результате прохождения теста были получены положительные результаты («Leak Test Successful!»).

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

а) Проверка номера версии встроенного ПО.

Номер версии встроенного ПО должен отображаться в меню калибратора «About This Unit» согласно п 2.6.8 РЭ.

б) Проверка контрольной суммы и номера версии автономного ПО

Номер версии автономного ПО отображается в свойствах исполняемого файла «DryCalPro.exe». Для просмотра номера версии необходимо найти в папке программы «DryCal Pro» файл «DryCalPro.exe». Правой клавишей мыши нажать на ярлык файла, в выпадающем меню нажать пункт «Свойства файла». В открывшемся окне открыть вкладку «Версия». Номер версии файла будет являться номером версии автономного ПО.

Контрольная сумма автономного программного обеспечения проверяется по исполняемому файлу «DryCalPro.exe» с помощью программы HashTab или другой аналогичной по алго-

ритму MD5. Номер версии и контрольная сумма должны соответствовать указанному в описании типа СИ.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение диапазонов и относительной погрешности измерения расхода газа калибраторов расхода газа DryCal моделей Defender 510, Defender 520, Defender 530, Defender 530+, FlexCal.

Оценивается разность показаний калибратора и значения объемного расхода газа, измеренного с помощью калибратора расхода газа Cal=Trak SL-800. Для проведения измерений собрать схемой согласно рисунку 1.

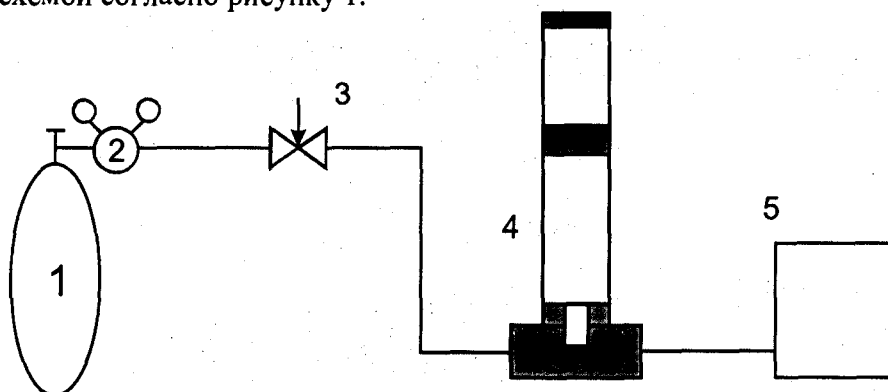


Рисунок 1

1. Баллон с газом азотом (воздухом)
2. Редуктор
3. Вентиль точной регулировки
4. Калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800
5. Исследуемый калибратор

Исследования проводятся на газе азоте следующим образом:

- 1) Открыть вентиль на баллоне с азотом
- 2) Подать давление на вентиль точной регулировки расхода газа 0,2- 0,4 МПа (2,0 – 4,0 кгс/см²)
- 3) Подготовить к работе калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800, в соответствии с эксплуатационной документацией. Для работы с калибраторами расхода газа моделей FlexCal и Defender (530 и 530+), в калибраторе Cal=Trak SL-800 и в калибраторах моделей FlexCal и Defender (530 и 530+) установить пересчет значения расхода на температуру 20 °С, а опцию «Cal. Type» в положение «std». Для работы с калибраторами расхода газа моделей Defender 510 и 520, в калибраторе Cal=Trak SL-800 установить опцию «Cal. Type» в положение «vol», для измерения значения расхода в рабочих условиях эксплуатации.
- 4) Установить на основание калибратора Cal=Trak SL-800 измерительную ячейку соответствующую диапазону расходов газа поверяемого калибратора расхода.
- 5) В зависимости от исследуемого калибратора с помощью регулятора расхода установить следующие значения расхода: 5, 30, 50, 80, 100 % (в % от верхнего предела измерений данной модели калибратора) при допуске отклонения при установке расхода ± 10 % от требуемого значения.

Убедиться в том, что расход стабилен (на шести последовательных измерениях расхода калибратором Cal=Trak SL-800 отсутствует монотонное увеличение или уменьшение показаний и размах показаний не превышает 0,2 % от среднего).

При каждом значении расхода фиксировать показания калибратора Cal=Trak SL-800 ($Q_{SL-800}^{изм}$) и поверяемого калибратора ($Q_{К}^{изм}$). Число измерений в каждой точке не менее 5.

Вычислить среднее значение измерений расхода калибратора Cal=Trak SL-800 (\bar{Q}_{CAL} , см³/мин) и поверяемого калибратора (\bar{Q}_K , см³/мин) по формулам:

$$\bar{Q}_{CAL} = \sum_{i=1}^n \frac{Q_{SL-800}^{изм}}{n} \quad (1)$$

$$\bar{Q}_K = \sum_{i=1}^n \frac{Q_K^{изм}}{n}, \text{ где} \quad (2)$$

n – число измерений

Вычислить относительную погрешность (δ , %) измерения расхода поверяемого калибратора по формуле:

$$\delta = \frac{\bar{Q}_K - \bar{Q}_{CAL}}{\bar{Q}_K} \times 100 \quad (3)$$

Результаты измерений записать в таблицу 3.

Таблица 3

Калибратор модели

; Диапазон измерения расходов

Показания калибратора DryCal, \bar{Q}_K , см ³ /мин	Показания измерителя расхода газа Cal=Trak SL-800, \bar{Q}_{CAL} , см ³ /мин	Относительная погрешность $\frac{\bar{Q}_K - \bar{Q}_{CAL}}{\bar{Q}_K} \cdot 100, \%$		Выводы
		Полученное значение	Допускаемое значение	

Результаты определения считаются положительными, если для всех измеренных значений расхода значение относительной погрешности для калибраторов не превышает пределов указанных в таблице 1 Приложения Б.

6.4.2 Определение диапазонов и относительной погрешности измерения расхода газа калибраторов DryCal модель 800

Данное определение производится с каждой съемной измерительной ячейкой.

Оценивается разность показаний калибратора и значения объемного расхода газа, измеренного с помощью весов по убыли массы газа в баллоне. Для проведения измерений собрать схему согласно рисунку 2.

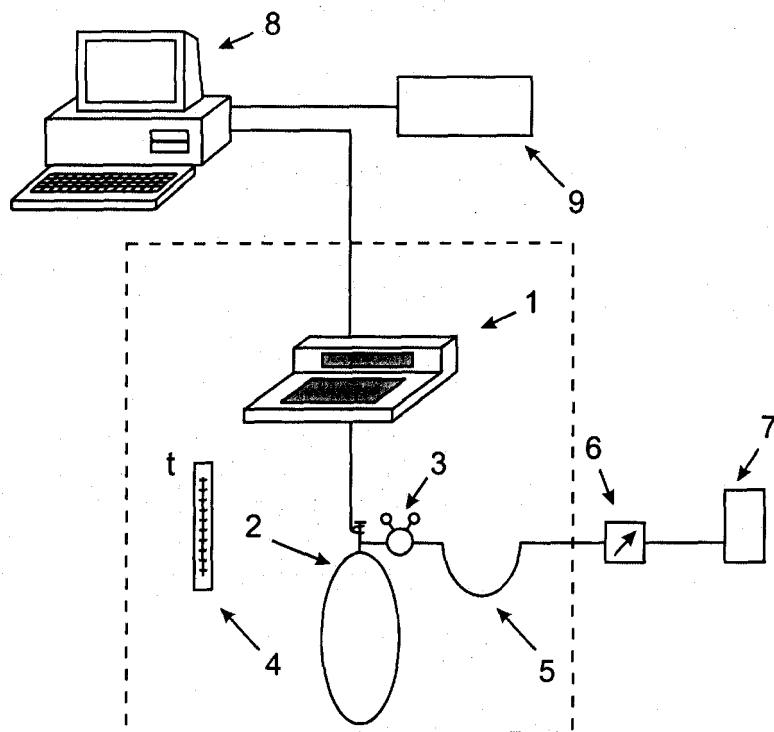


Рисунок 2 Схема соединений при определении относительной погрешности калибратора DryCal модели 800

1. Весы
2. Баллон с газом
3. Редуктор газовый
4. Термометр (прибор комбинированный Testo-622)
5. Трубопровод гибкий
6. Регулятор расхода газа тепловой
7. Калибратор
8. Персональный компьютер
9. Секундомер электронный

Элементы схемы 1, 2, 3, 4 и 5 должны быть размещены в пассивном термостате (шкафе), обеспечивающем постоянство температуры. При всех измерениях массы баллона контролировать температуру воздуха в непосредственной близости от баллона. Измерения можно производить только в случае, если температура изменяется не более чем на 0,1 К за 60 мин.

При измерении расходов в диапазоне от 5 до 500 см³/мин использовать весы лабораторные электронные LP 1200S (Sartorius) и баллон аэрозольного типа вместимостью 1 дм³ (максимальная нагрузка на весы с учетом массы баллона, редуктора, газа в баллоне и соединительных трубопроводов не должна превышать 1200 г).

При измерении расходов в диапазоне от 500 до 100000 см³/мин использовать весы лабораторные электронные LP 8200S (Sartorius) и баллон алюминиевый вместимостью 4 дм³ (максимальная нагрузка на весы с учетом массы баллона, редуктора, газа в баллоне и соединительных трубопроводов не должна превышать 8200 г).

Исследования проводятся на газе азоте следующим образом (операции 1-11):

1) Заполнить баллон азотом газообразным высшего сорта (особой чистоты по ГОСТ 9293-74 или ТУ 2114-004-05798345-2009, ТУ 6-21-39-96).

Примечание: заполнение баллона может быть произведено в специализированной организации, выпускающей или использующей газы в баллонах под давлением.

2) Подсоединить редуктор к баллону с азотом.

3) Подготовить к работе калибратор, весы и секундомер электронный в соответствии с их эксплуатационной документацией. В калибраторе установить пересчет значения расхода на температуру 20 °С.

4) Выход весов и секундомера подключить к персональному компьютеру. Произвести синхронизацию момента отсчета показаний весов и секундомера.

5) Баллон с редуктором установить на весы, используя специальный нижний подвес весов.

6) Выходной штуцер редуктора подключить к входному штуцеру регулятора расхода газа теплового (или вентиля тонкой регулировки) используя гибкий трубопровод.

7) Выходной штуцер регулятора расхода подключить к входному штуцеру калибратора.

8) Редуктором установить давление (0,20±0,05) МПа.

9) Проверить герметичность системы. Для этого заглушить выход регулятора расхода газа. Контролировать изменение массы баллона. Система считается герметичной, если изменение массы за 30 мин для весов LP 1200S не превышает 0,001 г, а для весов LP 8200S – 0,01 г.

10) Подключить к выходу регулятора расхода газа калибратор.

11) В зависимости от исследуемой измерительной ячейки с помощью вентиля точной регулировки расхода установить следующие значения расхода: 1 %, 10 %, 50 %, 90 % (в % от верхнего предела измерений данной измерительной ячейки) при допускаемом отклонении при установке расхода ±10 % от требуемого значения.

Убедиться в том, что расход стабилен (на шести последовательных измерениях расхода калибратором отсутствует монотонное увеличение или уменьшение показаний и размах показаний не превышает 0,2 % от среднего).

При каждом значении расхода фиксировать показания калибратора и убыль массы газа в баллоне и время, за которое произошло это изменение массы. Изменение массы при измерениях, проводимых с использованием весов LP 1200S, должно составлять не менее 7,5 г, а при использовании весов LP 8200S – не менее 75,0 г. Число измерений в каждой точке – 3.

Значение расхода, измеренное по убыли массы газа в баллоне с помощью весов, рассчитать по формуле (1)

$$Q_r = \frac{m_H - m_K}{\tau \times \rho} \times 1000 \quad (1)$$

где Q_r - значение расхода, см³/мин;

m_H и m_K - начальное и конечное значение массы баллона, соответствующие одному значению расхода, г;

τ - время, за которое масса баллона изменилась от m_H до m_K , мин;

ρ - плотность азота при температуре 20 °С и давлении 760 мм рт.ст., г/дм³ ($\rho=1,165$ г/дм³).

Вычислить среднее значение расхода Q_r^{CP} (см³/мин) из результатов 3-х измерений Q_r по формуле (2)

$$Q_r^{CP} = \sum_1^3 \frac{Q_{r_i}}{3} \quad (2)$$

Проверить приемлемость результатов трех измерений

$$\frac{Q_{\Gamma}^{\max} - Q_{\Gamma}^{\min}}{Q_{\Gamma}^{CP}} 100 \leq 0,10 \quad (3)$$

где Q_{Γ}^{\max} и Q_{Γ}^{\min} - максимальное и минимальное значение расхода из 3-х измерений, см³/мин.

Если условие (3) не выполняется, то повторить измерения согласно разделу 11).

Вычислить относительную погрешность измерителя (%) по формуле (4)

$$\delta = \frac{Q_{\Gamma}^{CP} - Q_K^{CP}}{Q_{\Gamma}^{CP}} \times 100 \quad (4)$$

где Q_K^{CP} - среднее за время измерения убыли массы газа значение расхода, измеренное калибратором (рассчитывается калибратором автоматически), см³/мин. Число измерений в цикле осреднения должно быть установлено равным 100, а интервал времени между измерениями расходов таким, чтобы за время τ число измерений было от 10 до 30 (п. 8.7 РЭ).

Результаты измерений записать в таблицу 3.

Таблица 3

Измерительная ячейка № ... ; Расход - ...

Показания калибратора, Q_K^{CP} , см ³ /мин	Значение расхода, Q_{Γ} , см ³ /мин				$\delta = \frac{Q_{\Gamma}^{CP} - Q_K^{CP}}{Q_{\Gamma}^{CP}} \times 100$, %
	измерение 1	измерение 2	измерение 3	Среднее значение Q_{Γ}^{CP}	

Результаты определения считаются положительными, если для всех значений расхода значение относительной погрешности для калибраторов моделей 800 с измерительными ячейками 800-10, 800-24, 800-44, 800-75 не превышает 0,2 %, для калибраторов моделей 800 с измерительной ячейкой 800-3 не превышает 0,3 %.

7. Оформление результата поверки

7.1. При проведении поверки калибраторов составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие калибраторов предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола для калибраторов расхода газа DryCal моделей Defender 510, Defender 520, Defender 530, Defender 530+, FlexCal и 800 приведена в Приложении А.

7.2 Калибраторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики, признаются годными.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

7.4 При отрицательных результатах поверки, калибраторы к применению не допускаются, на них выдается извещение о непригодности с указанием причины.

Форма протокола поверки
калибраторов расхода газа DryCal

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____ г.

Наименование прибора, тип	Калибратор расхода газа DryCal, модель _____
Регистрационный номер	
Заводской номер	
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	
Место выполнения поверки	

Вид поверки _____

Методика поверки МП-242-2089-2016 «Калибраторы расхода газа DryCal. Методика поверки», утверждена ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 25 сентября 2017г.

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, идентификационные данные ГСО (номер партии, заводской номер, срок годности и т.д.)	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	20±5	
Относительная влажность воздуха, %	не более 80	
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7	

Результаты поверки:

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

4 Определение метрологических характеристик

4.1 Результаты определения относительной погрешности калибратора

Для калибраторов расхода газа DryCal моделей Defender 510, Defender 520, Defender 530, Defender 530+, FlexCal

Калибратор модели _____ ; Диапазон измерения расходов _____

Показания калибратора, \bar{Q}_K , см ³ /мин	Показания калибратора расхода газа Cal=Trak SL-800, \bar{Q}_{CAL} , см ³ /мин	Относительная погрешность $\frac{\bar{Q}_K - \bar{Q}_{CAL}}{\bar{Q}_K} \cdot 100, \%$		Выводы
		Полученное значение	Допускаемое значение	

Для калибраторов расхода газа DryCal модели 800:

Измерительная ячейка № ... ; Расход - ...

Показания калибратора, Q_K^{CP} , см ³ /мин	Значение расхода, Q_G , см ³ /мин				$\delta = \frac{Q_G^{CP} - Q_K^{CP}}{Q_G^{CP}} \times 100, \%$
	измерение 1	измерение 2	измерение 3	Среднее значение Q_G^{CP}	

5 Дополнительная информация _____

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

извещение о непригодности № _____ от _____

Причина непригодности _____

Поверку произвел _____

ФИО

Подпись

Дата

Метрологические и технические характеристики калибраторов расхода газа DryCal

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение				
	FlexCal	Defender			800
		510, 520	530	530+	
Диапазон воспроизведения расхода газа (приведенный к температуре 20 °С и давлению 101,4 кПа), см ³ /мин Исполнения L M H Ячейки 800-3 800-10 800-24 800-44 800-75	от 5,00 до 500,0 от 50 до 5000 от 500 до 50000	-	-	-	от 2,00 до 50,00 от 5,00 до 500,0 от 50 до 5000 от 500 до 50000 от 1000 до 50000
Пределы допускаемой относительной погрешности при воспроизведении расхода газа (приведенного к температуре 20 °С и давлению 101,4 кПа), % Исполнения L, M, H Ячейки 800-3 800-10, 800-24, 800-44 800-75	±0,5	-	-	-	±0,3 ±0,2
Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении расхода (приведенного к температуре 20 °С и давлению 101,4 кПа), %	-	-	±1,2	±1,0	-
Пределы допускаемой относительной погрешности калибратора при измерении расхода в рабочих условиях эксплуатации, %	-	±1,0	±1,0	±0,75	-

Наименование характеристики	Значение				
	FlexCal	Defender			800
		510, 520	530	530+	
Диапазон измерений расхода газа (приведенный к температуре 20 °С и давлению 101,4 кПа), см ³ /мин Исполнение калибраторов: L M H	-	от 5,00 до 500,0 от 50 до 5000 от 500 до 30000			-

Расчет неопределенности измерения расхода газа,
подаваемого на вход калибратора при проведении поверки.

Объемный расход газа, измеренный по убыли массы газа, определяется по формуле (1)

$$Q = \frac{M}{\tau \times \rho} \times 1000 \quad (1)$$

где Q - значение расхода, см³/мин;

M - изменение массы газа в баллоне за время измерений τ , г

τ - время, за которое масса баллона изменилась от m_H до m_K , мин;

ρ - плотность газа, которым заполнен баллон (азот), г/дм³.

На результаты измерения расхода могут оказывать влияние эффекты, связанные с нестабильностью значения расхода в процессе измерения убыли массы газа в баллоне (нестабильностью работы системы стабилизации расхода) и утечками газа в газовой системе. Для включения в рассмотрение этих дополнительных факторов в исходное уравнение измерений нужно добавить соответствующие поправочные коэффициенты, что дает:

$$Q = K_L \frac{M}{\tau \times \rho} \times 1000 \quad (2)$$

где K_L - коэффициент, учитывающий негерметичность газовых линий.

Значение изменения массы газа в баллоне определяется формулой (3)

$$M = (m_H - m_K) + V(\rho_{BH} - \rho_{BK}) \quad (3)$$

где m_H и m_K - начальное и конечное значение массы баллона, соответствующие одному значению расхода, г;

V - вместимость баллона, дм³;

ρ_{BH} и ρ_{BK} - значение плотности окружающего воздуха, соответствующее времени начала и окончания измерения массы баллона, г/дм³;

Исходя из формулы (2) можно написать общую формулу (4) для расчета суммарной стандартной неопределенности

$$u(Q) = Q \sqrt{\left(\frac{u(M)}{M}\right)^2 + \left(\frac{u(\tau)}{\tau}\right)^2 + \left(\frac{u(\rho)}{\rho}\right)^2 + \left(\frac{u(K_L)}{K_L}\right)^2 + (u_{CX}^o)^2} \quad (4)$$

где $u(Q)$ - суммарная стандартная неопределенность значения расхода, см³/мин;

$u(M)$ - стандартная неопределенность измерения изменения массы газа в баллоне, г;

$u(\tau)$ - стандартная неопределенность измерения времени, за которое производилось измерение изменения массы газа в баллоне, с;

$u(\rho)$ - стандартная неопределенность значения плотности газа, которым заполнен баллон, г/дм³;

$u(K_V)$ - стандартная неопределенность коэффициента, учитывающего нестабильность потока во время измерений;

$u(K_L)$ - стандартная неопределенность коэффициента, учитывающего негерметичность газовых линий;

$u_{сх}^0$ - относительная стандартная неопределенность, обусловленная разбросом результатов измерений в условиях сходимости.

1. Неопределенность измерения изменения массы газа в баллоне (взвешивания).

В соответствии с формулой (3) стандартная неопределенность измерения изменения массы газа в баллоне определяется формулой (5)

$$u(M) = \sqrt{u(\Delta m)^2 + u(\Delta \rho)^2} \quad (5)$$

где $u(\Delta m)$ - стандартная неопределенность измерения разницы массы баллона, обусловленная весами, г;

$u(\Delta \rho)$ - стандартная неопределенность измерения массы баллона, обусловленная изменением плотности воздуха в процессе измерений, г.

Стандартная неопределенность измерения разницы массы баллона, обусловленная весами, определяется по формуле:

$$u(\Delta m) = \sqrt{u(m_H)^2 + u(m_K)^2 + u(E)^2 + u(P)^2 + u(D)^2 + u(N)^2} \quad (6)$$

где $u(m_H)$, $u(m_K)$ - стандартная неопределенность, обусловленная стандартными отклонениями показаний весов при начальном и конечном измерении массы, г;

$u(E)$ - стандартная неопределенность, обусловленная калибровкой весов, г, равная $2 \cdot 10^{-4}$ (для весов LP 1200S) и $2 \cdot 10^{-3}$ (для весов LP 8200S);

$u(P)$ - стандартная неопределенность, обусловленная нелинейностью статической характеристики весов, г, равная 2×10^{-3} (для весов LP 1200S) и 2×10^{-2} (для весов LP 8200S);

$u(D)$ - стандартная неопределенность, обусловленная дрейфом чувствительности (от изменения температуры окружающей среды), г;

$u(N)$ - стандартная неопределенность, обусловленная нестабильностью чувствительности весов, г.

Примечание: С учетом того, что допускаемое изменение температуры окружающего воздуха составляет не более $0,1$ °C за 1 ч, неопределенностью, обусловленной дрейфом чувствительности пренебрегаем вследствие ее малозначимости.

Неопределенность, обусловленная нестабильностью чувствительности весов, пренебрежимо мала вследствие проведения процедуры автоматической калибровки при каждом включении весов.

Составляющие неопределенности будем выражать в относительной форме.

2. Неопределенность, обусловленная изменением плотности воздуха в процессе измерений.

Для оценки влияния изменения плотности воздуха на результат взвешивания будем учитывать только изменение плотности, обусловленное изменением температуры. Влиянием изменения атмосферного давления можно пренебречь, поскольку его вклад существенно меньше (давление изменяется медленнее). Поскольку при определении расхода изменение плотности воздуха не учитывается, оценим максимальное значение неопределенности, обусловленное изменением температуры в допустимых пределах.

При взвешивании баллона вместимостью 1 дм^3 допускаемое изменение температуры окружающего воздуха на $0,1 \text{ К}$ приводит к неопределенности измерения массы $4 \times 10^{-4} \text{ г}$.

При взвешивании баллона вместимостью 4 дм^3 допускаемое изменение температуры окружающего воздуха на $0,1 \text{ К}$ приводит к неопределенности измерения массы $1,6 \times 10^{-3} \text{ г}$.

3. Вычислим неопределенность измерения изменения массы газа в баллоне.

Для весов LP 1200S со стандартным отклонением 1 мг и минимальной принятой разницей в начальной и конечной массе баллона в 7,5 г при числе измерений 3, относительная стандартная неопределенность составит:

$$\frac{u(M)}{M} = \frac{\sqrt{(0,001)^2 + (0,001)^2 + \left(\frac{0,0002}{\sqrt{6}}\right)^2 + \left(\frac{0,002}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,0004}{\sqrt{3}}\right)^2}}{7,5} = 2,3 \times 10^{-4}$$

Для весов LP 8200S со стандартным отклонением 10 мг и минимальной принятой разницей в начальной и конечной массе баллона в 75 г при числе измерений 3, относительная стандартная неопределенность составит:

$$\frac{u(M)}{M} = \frac{\sqrt{(0,01)^2 + (0,01)^2 + \left(\frac{0,002}{\sqrt{6}}\right)^2 + \left(\frac{0,02}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,0016}{\sqrt{3}}\right)^2}}{75} = 2,3 \times 10^{-4}$$

Таким образом относительная стандартная неопределенность взвешивания может быть принята равной $2,3 \times 10^{-4}$.

4. Неопределенность измерения времени

Время, в течение которого газ выходит из баллона, измеряется электронным таймером с относительной неопределенностью 2×10^{-4} . Стандартная относительная неопределенность составит $2 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 1,2 \times 10^{-4}$

5. Неопределенность, обусловленная эффектом Бурдона и массой гибкого трубопровода между редуктором и регулятором расхода.

Данная неопределенность пренебрежимо мала вследствие того, что давление в трубопроводе поддерживается постоянным с помощью редуктора, установленного на баллоне.

6. Неопределенность, обусловленная негерметичностью газовой линии.

В соответствии с п.6.3.1. п.9 Методики поверки допустимое изменение массы баллона за счет негерметичности газовой системы для весов LP 1200S составляет 1 мг, а для весов LP 8200S – 10 мг.

При допустимом минимальном изменении массы баллона для весов LP 1200S равным 7,5 г это приведет к относительной неопределенности $1,3 \times 10^{-4}$. Стандартная относительная неопределенность составит $1,3 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,8 \times 10^{-4}$.

При допустимом минимальном изменении массы баллона для весов LP 8200S равным 75 г это приведет к относительной неопределенности $1,3 \times 10^{-4}$. Стандартная относительная неопределенность составит $1,3 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,8 \times 10^{-4}$.

7. Неопределенность, обусловленная пересчетом массового расхода в объемный.

Значение плотности азота при нормальных условиях с учетом чистоты газа известно с неопределенностью 5×10^{-4} . Стандартная относительная неопределенность составит $5 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,3 \times 10^{-3}$

8. Неопределенность, обусловленная разбросом результатов измерений в условиях сходимости.

Относительное СКО при числе измерений 3 вычисляется по формуле:

$$0,10 \times 10^{-3} / (3,3 \cdot \sqrt{3}) = 1,8 \times 10^{-4}$$

где 0,10 – норматив при проверке приемлимости трех единичных результатов (см. ф (3) МП стр. 9);

3,3 – коэффициент, связывающий норматив (размах выборки) и СКО единичного результата для P=0,95).

9. Относительная расширенная стандартная неопределенность

Объединение стандартных неопределенностей, описанных в п.п.1-7 следующее:

Составляющая неопределенности	Стандартная относительная неопределенность
Взвешивание	$2,3 \times 10^{-4}$
Измерение времени	$1,2 \times 10^{-4}$
Негерметичность линии	$0,8 \times 10^{-4}$
Пересчет массового расхода в объемный	$3,0 \times 10^{-4}$
Сходимость	$1,8 \times 10^{-4}$

Относительная суммарная стандартная неопределенность составит

$$\frac{u(Q)}{Q} = \sqrt{(2,3 \times 10^{-4})^2 + (1,2 \times 10^{-4})^2 + (0,8 \times 10^{-4})^2 + (3,0 \times 10^{-4})^2 + (1,8 \times 10^{-4})^2} = 4,4 \times 10^{-4}$$

Относительную расширенную стандартную неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2) рассчитывают по формуле (7)

$$U = 2 \frac{u(Q)}{Q} \quad (7)$$

Относительная расширенная неопределенность составит $2 \times 4,4 \times 10^{-4} = 8,8 \times 10^{-4}$

Таким образом, относительная расширенная неопределенность измерения значения расхода составляет 0,09 %.