

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
_____ К.В. Гоголинский
М.п. _____ 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Источники микропотоков газов и паров ИМ-ГП

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2098-2017

Зам.руководителя научно-исследовательского
отдела Государственных эталонов в
области физико-химических измерений
_____ А.В. Колобова
" ___ " _____ 2017 г.

Разработчик:
научный сотрудник
_____ Н.Б. Шор
" ___ " _____ 2017 г.

Санкт-Петербург
2017

Настоящая методика поверки распространяется на источники микропотоков газов и паров ИМ-ГП - рабочие эталоны 1-го разряда (далее – ИМ) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации.

ИМ являются мерами 1-го разряда, в комплекте с термодиффузионными генераторами газовых смесей предназначены для передачи единицы массовой концентрации компонента в газовых средах рабочим эталонам 2-го разряда и рабочим средствам измерений в соответствии с ГОСТ 8.578-2014.

В случае выпуска единичных экземпляров ИМ поверке подлежит каждый экземпляр ИМ.

В случае выпуска ИМ в виде партии поверка проводится для каждой партии, включающей экземпляры ИМ, выпущенные в течение 3-х месяцев, относящиеся к одному или нескольким исполнениям и имеющие одинаковый интервал между поверками. Для поверки партии предъявляются 10 % от количества ИМ каждого исполнения, но не менее 1 экз.

Интервал между поверками:

2 года – для исполнений ИМ диоксида азота, диоксида серы, сероводорода, аммиака, бензола, толуола, о-ксилола, м-ксилола, п-ксилола, этилбензола, гексана, метилмеркаптана, этилмеркаптана, ацетона, фенола, этилацетата, уксусной кислоты, декана, нафталина, метанола;

1 год – для остальных исполнений ИМ.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1. Внешний осмотр	6.1
2 Проверка заполнения ИМ	6.2
3 Определение относительной погрешности	6.3

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

1.3 Периодической поверке подлежат ИМ, заполненные веществом не менее, чем на 30% от полной вместимости или от массы вещества, указанной в паспорте ИМ.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.

Номер пункта НД по поверке	Наименование основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
1	2
4, 6	Прибор комбинированный Testo-622 (Регистрационный номер 53505-13): диапазон измерения температуры: от минус 10 до 60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0,4 °С; диапазон измерения относительной влажности: от 10 до 95 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %; диапазон измерений абсолютного давления: от 300 до 1200 гПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 5 гПа.
6.2, 6.3.	Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427, верхний предел измерений 150 мм или более, цена деления 1 мм.

Весы аналитические, Sartorius Micro 210 P. Наибольший предел взвешивания не менее 20 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,010$ г.

Продолжение таблицы 2

1	2
6.3	<p>Газоанализатор-компаратор, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154–2011 (комплексы Б2 и Б4) или в состав вторичного эталона по ГОСТ 8.578. Относительное СКО среднего арифметического показаний, не более: при производительности ИМ до 1,0 мкг/мин 2 %, при производительности ИМ свыше 1,0 мкг/мин 1,5 %.</p> <p>Генератор газовых смесей термодиффузионного типа*, ГГС модификаций ГГС-Т или ГГС-К по ШДЕК.418319.009 ТУ, (регистрационный номер 62151-15) с метрологическими характеристиками: – диапазон задания и поддержания температуры термостата 30 °С – 120 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ °С (в диапазоне 30 °С – 60 °С), $\pm 0,2$ °С (в диапазоне свыше 60 °С до 120 °С); – диапазон задания объемного расхода 100 – 5000 см³/мин, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm (1,5 - 1)$ %.</p> <p>Меры: ИМ - эталоны сравнения или 0-го разряда по ГОСТ 8.578. Границы доверительной относительной погрешности (при $P = 0,95$); $\pm (0,8 - 3,5)$ %.</p> <p>Поверочный нулевой газ воздух марки А по ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный особой чистоты 1 сорта по ГОСТ 9293 в баллоне под давлением.</p> <p>Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160. Диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм.</p> <p>Секундомер типа СО Спр-26-000 по ТУ 25-1819-0021-90, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ с</p>
	<p>Ротаметр РМ-А-0,16 ГУЗ по ГОСТ 13045. Верхний предел измерений объемного расхода 0,16 м³/ч, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 2,5$ % от верхнего предела измерения.</p>
	.Эксикатор, пинцет
*При проведении поверки используют два генератора (один – для выхода ИМ на температурный режим по 6.3.2, второй – для проведения измерений по 6.3.3).	

2.2. Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, ИМ - эталоны сравнения и рабочие эталоны 0-го разряда – действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

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

3.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

3.3 При работе с ИМ необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с токсичными и ядовитыми веществами. Все работы с ИМ необходимо проводить в вытяжном шкафу.

Сброс газовых смесей должен проводиться через угольный фильтр или через поглотитель, расположенный в вытяжном шкафу.

3.4 При проведении поверки должны быть соблюдены правила безопасности по ГОСТ 12.2.007.0 и Приказу Ростехнадзора № 116 от 25.03.2014 г.

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

3.6. К проведению поверки ИМ допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 8.578, документацией на ИМ и газоанализатор-компаратор, входящий в состав эталонного комплекса аппаратуры Б2 ГЭТ 154–2011 или в состав вторичного эталона по ГОСТ 8.578. (правила хранения и применения, руководство по эксплуатации, методики измерений), имеющие квалификацию поверителя, действующий аттестат и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность окружающего воздуха, % до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- 1) подготовить к работе поверяемый ИМ в соответствии с требованиями эксплуатационной документации (ЭД);
- 2) подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации, при необходимости провести корректировку нулевых показаний и чувствительности газоанализатора-компаратора.
- 3) проверить наличие паспортов и сроков годности ГС в баллонах под давлением и эталонных сравнения (или рабочих эталонов 0-го разряда) – ИМ газов и паров;
- 4) выдержать баллоны с ГС в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, эталоны сравнения (рабочие эталоны 0-го разряда) – ИМ газов и паров, поверяемый ИМ – не менее 12 ч.
- 5) установить в генераторе газовых смесей в соответствии с ЭД
 - необходимый расход в линии газа-разбавителя и в линии термостата таким образом, чтобы показания газоанализатора-компаратора при подаче газовой смеси соответствовали (20 – 90) % диапазона измерений;
 - температуру, соответствующую указанной в паспорте на ИМ.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие ИМ следующим требованиям:

- 1) отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность и безопасность;
- 2) отсутствие загрязнений, изменений цвета и агрегатного состояния вещества ИМ (если конструкция ИМ позволяет выполнить визуальный контроль);

3) соответствие комплектности, маркировки и надписей, нанесенных на корпусе ИМ, требованиям ЭД.

6.1.2 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если ИМ соответствует перечисленным требованиям.

6.2 Проверка заполнения ИМ

Проверку заполнения ИМ выполняют путем измерения массы ИМ на аналитических весах или оценки объема вещества в ИМ с помощью линейки (ИМ располагают вертикально).

Результаты проверки заполнения ИМ считают положительными, если ИМ заполнен веществом не менее, чем

на 70 % от полной вместимости или от массы вещества, указанной в паспорте, при первичной поверке;

на 30 % - при периодической поверке.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности проводят методом компарирования поверяемого ИМ с соответствующим эталоном сравнения или рабочего эталона 0-разряда – ИМ газов и паров (далее – ИМ-ЭС или ИМ 0-разряда), установленных в термодиффузионном генераторе, с применением газоанализатора-компаратора.

Для поверки используют ИМ-ЭС или ИМ 0-разряда с производительностью, которая не должна отличаться от производительности поверяемого ИМ более чем на 30 %.

6.3.2 Перед проведением измерений выдерживают поверяемый ИМ и ИМ-ЭС (или ИМ 0-разряда) в генераторе газовых смесей термодиффузионного типа (первый генератор) при номинальном значении температуры T_H , °С, указанной в паспорте соответствующего ИМ, не менее 2-х часов. Устанавливают расход азота в линии термостата (100 ± 20) см³/мин.

6.3.3 Выполняют следующие операции при проведении измерений:

1) Помещают в генератор газовых смесей термодиффузионного типа ИМ-ЭС (второй генератор) и устанавливают требуемый режим работы генератора: температура термостата T_H , °С в соответствии с паспортом на ИМ-ЭС (или ИМ 0-разряда), расход ГС на выходе генератора (см³/мин).

Устанавливают значение расхода ГС (см³/мин) в соответствии с эксплуатационной документацией на соответствующий газоанализатор-компаратор, показания которого при подаче ГС должны находиться в пределах (20 – 90) % от верхнего предела измерений.

Подачу ГС на вход газоанализатора-компаратора при наличии встроенного насоса проводят со сбросом с применением тройника, при этом расход ГС в линии сброса устанавливают не менее 0,20 дм³/мин и контролируют при помощи ротаметра

2) Выдерживают ИМ-ЭС (ИМ- 0-го разряда) в данных условиях не менее 30 мин, затем подают ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор и регистрируют его показания.

3) Подачу ГС проводят не менее 5 раз ($n=5$).

4) Вынимают ИМ-ЭС из генератора.

д) Повторяют операции по перечислению 1) – 3) 6.3.3 для поверяемого ИМ.

6.4 Обработка результатов измерений

6.4.1. Рассчитывают средние значения показаний газоанализатора-компаратора при подаче газовых смесей от генератора, созданных с помощью поверяемого ИМ $A^{ИМ}$ и ИМ-ЭС (или ИМ-0-разряда) $A^{ЭС}$ по формулам

$$A^{ИМ} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i^{ИМ}}{n} \quad (1)$$

$$A^{ЭС} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i^{ЭС}}{n} \quad (2)$$

где $A_i^{ИМ}$ – i -ое показание газоанализатора-компаратора при подаче газовой смеси от генератора, созданной с помощью поверяемого ИМ, мг/м³ (млн⁻¹);

$A_i^{ЭС}$ – i -ое показание газоанализатора-компаратора при подаче газовой смеси от генератора, созданной с помощью ИМ-ЭМ (или 0-разряда), мг/м³ (млн⁻¹);

6.4.2. Рассчитывают относительное СКО среднего арифметического показаний газоанализатора-компаратора для поверяемого ИМ ($S^{ИМ}$ в %) и для эталонного ИМ ($S^{ЭС}$ в %) по формулам

$$S^{ИМ} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i^{ИМ} - \bar{A}^{ИМ})^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{A}^{ИМ}} \quad (3)$$

$$S^{ЭС} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i^{ЭС} - \bar{A}^{ЭС})^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{A}^{ЭС}} \quad (4)$$

Полученные значения относительного СКО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 2.

Если данное условие не выполняется, повторяют измерения по п. 6.3.3.

6.4.3 Рассчитывают измеренное значение производительности поверяемого ИМ G_u , мкг/мин, по формуле

$$G_u = \frac{\bar{A}^{ИМ}}{\bar{A}^{ЭС}} \cdot G^{ЭС}, \quad (5)$$

где $G^{ЭС}$ – аттестованное значение производительности эталонного ИМ (ИМ 0-разряда), указанное в паспорте, мкг/мин.

6.4.4. Значение относительной погрешности ИМ δ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{G_r - G_e}{G_e} \cdot 100, \quad (6)$$

где G_n - значение производительности поверяемого ИМ, указанное в паспорте, мкг/мин.

6.4.5. Результаты определения погрешности ИМ считают положительными, если полученное значение погрешности (по модулю) не превышает пределов допускаемой погрешности, указанных в ЭД поверяемого ИМ.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Составляют протокол поверки по форме, приведенной в приложении Б.

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 подтвержденной возможность дальнейшего их изготовления и приемки по той же документации, по которой они изготовлены и прошли поверку, до получения результатов очередной поверки.

7.3. В случае выпуска единичных экземпляров ИМ при положительных результатах поверки подтверждается качество каждого единичного экземпляра ИМ.

7.4 При положительных результатах поверки партию ИМ одного исполнения или каждый единичный экземпляр ИМ признают годными к применению и оформляют на партию или ИМ свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.5 При отрицательных результатах поверки партию ИМ или единичные экземпляры ИМ не допускают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

7.6 Знак поверки наносится на свидетельство в виде наклейки.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

1. Наименование ИМ, тип, исполнение _____

2. Заводской номер _____

3. Владелец _____

4 Дата выпуска _____

5 Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде
по обеспечению единства измерений _____

6. Наименование нормативного документа по поверке _____

7. Средства поверки: _____

8. Вид поверки (первичная/периодическая) _____

9. Условия поверки:

– температура окружающего воздуха _____

– относительная влажность окружающего воздуха _____

– атмосферное давление _____

10. Результаты проведения поверки

10.1.. Внешний осмотр _____

10.2. Проверка заполнения ИМ _____

10.3. Определение относительной погрешности

Значение производительности ИМ, приведенное в паспорте на ИМ, G_H , мкг/мин	Измеренное значение произ- водительности ИМ, $G_{И}$, мкг/мин	Значение относительной по- грешности, полученное при поверке, %

Вывод: _____

Заключение _____, зав. № _____
(наименование, тип, исполнение)

соответствует предъявляемым требованиям и признано годным (не годным) для эксплуатации.

Поверитель _____

(подпись)

(инициалы, фамилия)

Выдано свидетельство о поверке _____ от _____

(Выдано извещение о непригодности _____ от _____)