

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

УТВЕРЖДАЮ



И.о. директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

10 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Источники микропотоков газов и паров ИМ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-0578-2019

Зам. руководителя научно-исследовательского отдела  
Государственных эталонов в области  
физико-химических измерений

  
А.В. Колобова

Научный сотрудник

  
Н.Б. Шор

Санкт-Петербург  
2019 г.

Настоящая методика поверки распространяется на меры - источники микропотоков газов и паров ИМ (в дальнейшем - ИМ) и устанавливает методы и средства первичной поверки до ввода в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации.

ИМ являются мерами – источниками микропотоков газов и паров - рабочими эталонами 1-го разряда в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664 и применяются в комплекте с термодиффузионными генераторами газовых смесей утвержденного типа.

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.

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

Методика поверки распространяется на вновь выпускаемые и находящиеся в эксплуатации ИМ.

Интервал между поверками:

6 месяцев - для ИМ хлористого водорода, оксида этилена, ацетальдегида, пинаколинового спирта, метанола, моноэтаноламина, муравьиной кислоты

12 месяцев – для остальных 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, 6.4.

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.

1.4 Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений, для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

## 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
4; 6	Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 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

Номер пункта НД по поверке	Наименование основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.2	<p>Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427-75, верхний предел измерений 150 мм или более, цена деления 1 мм</p> <p>Весы по ГОСТ OIML R 76-1 не ниже высокого класса точности. Наибольший предел взвешивания 20 г или более, дискретность <math>\leq 1</math> мг</p>
6.3	<p>Средства измерений:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- газоанализатор-компаратор,</li> <li>- термодиффузионный генератор газовых смесей<sup>1)</sup> - температура термостата: от 30 до 120 °С, погрешность задания и поддержания температуры не более <math>\pm 0,1</math> °С; относительная погрешность поддержания расхода не более <math>\pm 1</math> %,</li> </ul> <p>входящие в состав первичного или вторичного эталона в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664</p> <p>Источники микропотоков газов и паров ИМ (меры) – эталоны сравнения или эталоны 0-го разряда в соответствии с приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664</p>
6.3	<p>Азот газообразный особой чистоты 1-го или 2-го сорта по ГОСТ 9293-74 в баллоне под давлением</p> <p>Генератор нулевого воздуха ГНГ-01 (регистрационный номер 26765-15)</p> <p>Ротаметр РМ-А-0,16 ГУЗ по ГОСТ 13045-81</p> <p>Верхний предел измерений объемного расхода 0,16 м<sup>3</sup>/ч, пределы допускаемой относительной погрешности <math>\pm 2,5</math> % от верхнего предела измерения</p> <p>Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160. Диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см<sup>2</sup>, диаметр условного прохода 3 мм.</p> <p>Эксикатор, пинцет</p>
<p><sup>1)</sup> 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).</p>	

2.2 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, источники микропотоков газов и паров - эталоны сравнения (ИМ-ЭС) или эталоны 0-го разряда (ИМ-0) – действующие паспорта.

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

### **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 со сжиженными газами, с токсичными и ядовитыми веществами. Все работы с ИМ необходимо проводить в вытяжном шкафу.

3.4 ИМ 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.

3.5 При работе с ИМ сброс газовых смесей должен производиться через угольный фильтр, расположенный в вытяжном шкафу.

3.6 Требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правилам промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденными Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 № 116»

3.7 К проведению поверки ИМ допускаются лица, ознакомленные с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664, документацией на ИМ, генератор газовых смесей и газоанализатор-компаратор, входящих в состав вторичного эталона (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;   |
| - диапазон относительной влажности окружающего воздуха, % | не более 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 (генераторы газовых смесей и газоанализаторы-компараторы в составе вторичных эталонов) в соответствии с требованиями их ЭД, при необходимости провести корректировку нулевых показаний и чувствительности газоанализатора-компаратора;
- 3) проверить наличие паспортов, свидетельств о поверке и сроков годности ИМ-ЭС или ИМ-0;
- 4) выдержать баллоны с ГС в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, ИМ-0 и 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 от 20 до 90 % диапазона измерений;
  - температуру, соответствующую указанной в паспорте на ИМ.

#### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

##### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие ИМ следующим требованиям:

- 1) отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность и безопасность, загрязнений и изменений цвета и агрегатного состояния вещества ИМ;
- 2) надписи и маркировка на корпусе ИМ должны быть четкими, комплектность должна соответствовать эксплуатационной документации.

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

## 6.2 Проверка заполнения ИМ

Проверку заполнения ИМ выполняют путем взвешивания на аналитических весах или измерением с помощью линейки с ценой деления не более 1,0 мм.

Результаты проверки заполнения ИМ считают положительными, если он 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 относительной погрешности

6.3.1 Определение относительной погрешности проводят методом компарирования поверяемого ИМ с соответствующим ИМ-ЭС или ИМ-0, установленным в термодиффузионном генераторе, с применением газоанализатора-компаратора, входящих в состав вторичного эталона.

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

6.3.2 Перед проведением измерений выдерживают поверяемый ИМ, ИМ-ЭС или ИМ-0 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 (или воздуха) в линии термостата  $(100 \pm 20)$  см<sup>3</sup>/мин.

6.3.3 Выполняют следующие операции при проведении измерений:

1) Помещают в генератор газовых смесей термодиффузионного типа ИМ-ЭС или ИМ-0 (второй генератор) и устанавливают требуемый режим работы генератора: температура термостата  $T_H$ , °С в соответствии с паспортом на ИМ-ЭС или ИМ-0, расход ГС на выходе генератора (см<sup>3</sup>/мин).

Устанавливают значение расхода ГС (см<sup>3</sup>/мин) в соответствии с эксплуатационной документацией на соответствующий газоанализатор-компаратор, показания которого при подаче ГС должны находиться в пределах от 20 до 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 дм<sup>3</sup>/мин и контролируют при помощи ротаметра.

2) Выдерживают ИМ-ЭС или ИМ-0 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 3-х раз (n).

4) Вынимают ИМ-ЭС или ИМ-0 из генератора.

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

## 6.4 Обработка результатов измерений

6.4.1 Рассчитывают значение производительности ( $G_{изм}$ ) поверяемого ИМ по данным первой серии измерений по формуле

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

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

$A$  – показания газоанализатора при подаче газовой смеси, создаваемой с помощью поверяемого ИМ, мг/м<sup>3</sup> (млн<sup>-1</sup>);

$A_0$  - показания газоанализатора при подаче газовой смеси, создаваемой с помощью ИМ-ЭС или ИМ-0, мг/м<sup>3</sup> (млн<sup>-1</sup>);

$G_0$  – значение производительности ИМ-ЭС или ИМ-0, приведённой в паспорте на данный ИМ, мкг/мин;

6.4.2 Проводят три серии измерений и расчётов, изложенных в п.п.6.3.3 и 6.4.1.

6.4.3 Рассчитывают среднее арифметическое значение производительности поверяемого ИМ по формуле

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

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

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

6.4.4 Проверяют выполнение условия

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

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

6.4.5 Значение относительной погрешности ИМ,  $\delta$ , %, рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{G_n - G_u}{G_u} \cdot 100, \quad (6)$$

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

Результаты определения погрешности ИМ считают положительными, если полученное значение погрешности не превышает  $\delta_0$ , указанной в ЭД поверяемого ИМ.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

Форма протокола приведена в приложении А.

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.

7.10 При отрицательных результатах поверки ИМ не допускают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

7.11 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, $G_n$ , мкг/мин	Измеренное значение производительности ИМ, $G_u$ , мкг/мин	Значение относительной погрешности, 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 \_\_\_\_\_)