

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

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

\_\_\_\_\_ А.Н. Пронин

М.п.

«17» февраля 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Генераторы ГДП-102

Методика поверки

МП 242-2363-2020

И.о. руководителя  
научно-исследовательского отдела

государственных эталонов

в области физико-химических измерений

ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

\_\_\_\_\_ А.В. Колобова

Инженер 1-й категории

\_\_\_\_\_ А.Л. Матвеев

г. Санкт-Петербург  
2020 г.

Настоящая методика поверки распространяется на генераторы ГДП-102, являющиеся рабочими эталонами 2-го разряда в соответствии с Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664 (в дальнейшем – генераторы) и выпускаемые ФГУП «СПО «Аналитприбор», г. Смоленск, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - один год.

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.

## 1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики по-верки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2		
- проверка герметичности газового тракта	6.2.1	да	да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4 Определение метрологических характеристик	6.4		
- определение относительной погрешности установления расхода газа	6.4.1	да	да
- определение относительного изменения расхода за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим	6.4.2	да	да
- определение абсолютной погрешности установления температуры	6.4.3	да	да
- определение абсолютного изменения температуры за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим	6.4.4	да	да
4 Проверка соответствия метрологических характеристик источников микропотока (ИМ) и поверочного нулевого газа (ПНГ) предъявляемым им требованиям <sup>1)</sup>	6.5	да	да
5. Определение относительной погрешности генератора (комплектная поверка)	6.6	да	нет

<sup>1)</sup> Проводится только при совместной поставке генератора и ИМ.

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции поверка преобразователей прекращается.

## 2 Средства поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6	Барометр-анероид контрольный М-67, ТУ 2504-1797-75, диапазон измерения атмосферного давления от 610 до 790 мм рт. ст, погрешность $\pm 0,8$ мм рт. ст.
	Психрометр аспирационный М-34-М, ГРПИ 405132.001 -92 ТУ, диапазон измерения относительной влажности от 10 до 100 %
	Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °C, цена деления 0,1 °C
	Секундомер механический СОПпр, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2
6.2	Сжатый воздух по кл.1 ГОСТ 17433-80 в баллоне под давлением *
	Манометр образцовый МО-250-0,1 МПа-0,25 ГОСТ 6521-72
6.2, 6.4	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см <sup>2</sup> , диаметр условного прохода 3 мм *
	Трубка ГС-ТВ (тройник) ГОСТ 25336-82 *
	Крышка ИБЯЛ.301265.021 (технологическая крышка)*
	Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95 *
	Трубка поливинилхлоридная гибкая ПВХ 6x1,5 ТУ 6-01-1196-79 *
	Поверочный нулевой газ (ПНГ) – воздух марки Б по ТУ 6-21-5-82 или азот особой чистоты сорт 1 по ГОСТ 9293-74 в баллоне под давлением
6.4	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15), диапазон измерения температуры от -50 до +300 °C
	Расходомер-счетчик газа РГТ-2, (рег. № 51713-18)
6.6	Стандартный образец состава газовая смесь SO <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> (ГСО 10536-2014), объемная доля диоксида серы ( $5 \pm 0,75$ ) млн <sup>-1</sup> , в баллоне в баллоне под давлением или генератор газовых смесей ГГС, мод. ГГС-Т, ГГС-К (рег. № 62151-15) в комплекте с источником микропотока SO <sub>2</sub> ИМ05-М-А2 (рег. № 15075-09) с производительностью от 3 до 10 мкг/мин
	Газоанализатор АНКАТ-7631 Микро, наименования АНКАТ-7631 Микро-SO <sub>2</sub> , (рег. № 53540-13)

2.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик преобразователей с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки, кроме отмеченных в таблице 2 знаком \*, должны иметь действующие свидетельства о поверке, газовые смеси в баллонах под давлением – действующие паспорта.

2.4 Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в таблице 2, в случае если номинальное значение, пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС и погрешность аттестации соответствуют указанному для соответствующей ГС в таблице 2;

Информация о стандартных образцах состава газовых смесей и средствах измерений утвержденного типа доступна на сайте Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений в сети Интернет.

### **3 Требования безопасности**

3.1 При проведении поверки соблюдаются следующие требования безопасности:

- помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;
  - концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88;
  - генератор должен быть заземлен;
  - должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75;

- при работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают требования Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденных приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

### 3.2 Требования к квалификации персонала

К работе с генераторами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 13320-80, приказом Росстандарта от 14.12.2018 г., руководством по эксплуатации генераторов ИБЯЛ.413142.002 РЭ.

## 4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от плюс 15 до плюс 25;
  - относительная влажность воздуха при температуре +20 °C, % до 80;
  - атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
  - напряжение питания переменного тока, В от 187 до 244;
  - частота питающего напряжения, Гц от 49 до 51;
  - механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля (кроме поля Земли) должны быть исключены.

**5** Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
  - проверить наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением и источников микропотока;
  - баллоны с ГС выдержать при температуре поверки не менее 24 ч;
  - источники микропотока выдержать при температуре поверки не менее 2 ч;
  - выдержать генераторы при температуре поверки в течение не менее 24 ч;
  - ознакомиться с руководством по эксплуатации и подготовить генератор к работе согласно ИБЯЛ.413142.002 РЭ;
  - подготовить к работе средства поверки, указанные в разделе 2 настоящей Методики поверки, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

## 5.2 Проверка газоанализатора АНКАТ-7631 Микро-SO<sub>2</sub>

Проводится проверка случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение - СКО) газоанализатора АНКАТ-7631 Микро-SO<sub>2</sub> следующим образом.

- подать на вход газоанализатора ПНГ – воздух (или азот), провести корректировку нулевых показаний.

- подать на вход газоанализатора газовую смесь с известным содержанием SO<sub>2</sub> (стандартный образец состава газовая смесь SO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> (ГСО 10536-2014) или газовую смесь от генератора ГГС в комплекте с источником микропотока SO<sub>2</sub>). При необходимости показания газоанализатора следует откорректировать.

- поочередно подавать на вход газоанализатора ПНГ - воздух (или азот) и газовую смесь  $\text{SO}_2/\text{N}_2$  зафиксировать установившиеся показания газоанализатора  $C_i$ ,  $\text{мг}/\text{м}^3$ . Число циклов « $n$ » - не менее 5-ти.

- рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений,  $\bar{C}$ ,  $\text{мг}/\text{м}^3$ , по формуле

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}, \quad (1)$$

- рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение,  $S_0$ , %, по формуле

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n \cdot (n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{C}}, \quad (2)$$

Значение  $S_0$  не должно превышать 3 %.

## 6 Проведение поверки

### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие генераторов следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям соответствующих разделов руководства по эксплуатации ИБЯЛ.413142.002 РЭ;
- отсутствие механических повреждений генераторов, влияющих на работоспособность;
- наличие пломб.

Генератор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

### 6.2 Опробование

#### 6.2.1 Проверка герметичности газового тракта

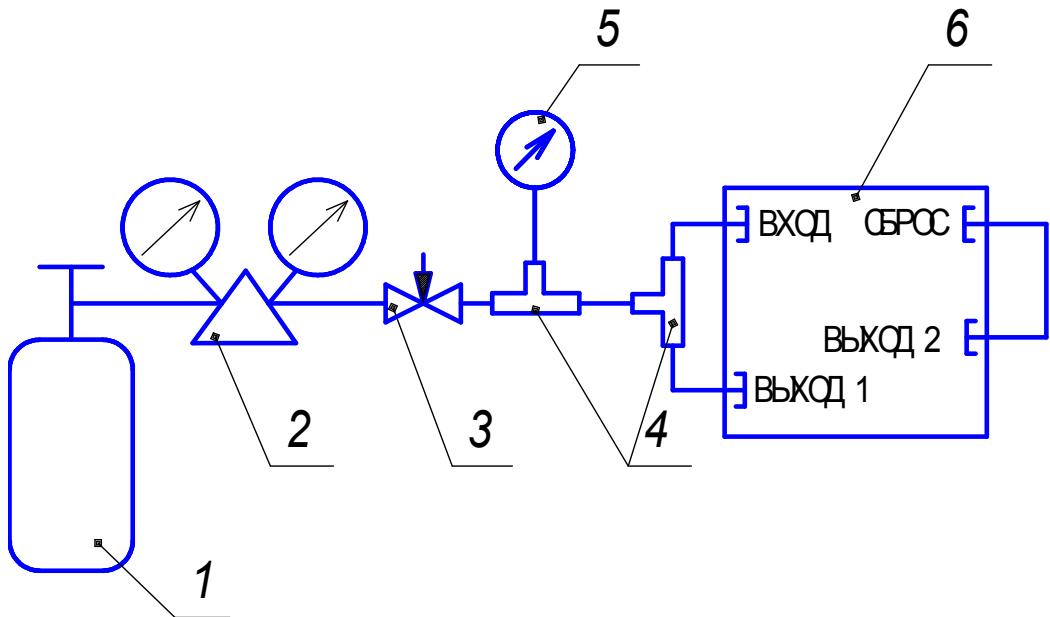
Для проверки герметичности газового тракта необходимо собрать схему для проверки герметичности согласно рисунку 6.1.

Открыть запорный вентиль баллона (1) и вентиль точной регулировки (3). Плавно открывая редуктор (2), установить по манометру (5) давление равное 0,05 МПа (0,5 кгс/см<sup>2</sup>), вентиль точной регулировки (3) закрыть.

Через 10 мин после установления давления зафиксировать давление в газовом тракте;

Через 20 мин после установления давления повторно зафиксировать давление в газовом тракте.

Генератор считается выдержавшим проверку, если падение давления в течении 10 мин не превышает 0,005 МПа (0,05 кгс/см<sup>2</sup>).



1 – баллон со сжатым воздухом кл.1 ГОСТ 17433-80;

2 – редуктор баллонный;

3 – вентиль точной регулировки;

4 – трубка ГС-ТВ (трайник) ГОСТ 25336-82;

5 – манометр образцовый;

6 – генератор.

Газовые соединения выполнить трубкой ПВХ 6х1,5

Рисунок 6.1 - Схема для проверки герметичности

### 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Подтверждение соответствия встроенного программного обеспечения (ВПО) генераторов проводится путем проверки соответствия ВПО тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях для целей утверждения типа.

Для проверки соответствия ВПО выполняют следующие операции:

- регистрируют идентификационные данные ВПО генератора (номер версии и контрольная сумма ВПО отображаемые на дисплее генератора после включения электрического питания);

- сравнивают зарегистрированные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний для целей утверждения типа и указанными в Описании типа генераторов (приложение к Свидетельству об утверждении типа) и в Руководстве по эксплуатации.

### 6.4 Определение метрологических характеристик

#### 6.4.1 Определение относительной погрешности установления расхода газа

Определение относительной погрешности установления расхода проводить для следующих значений расхода: 300, 900, 1500 см<sup>3</sup>/мин в следующем порядке:

а) к штуцеру «ВЫХОД 1» генератора подсоединить расходомер;

б) установить по индикатору генератора значение расхода газа равное 300 см<sup>3</sup>/мин. Зафиксировать не менее трех раз значение расхода, Q<sub>i</sub>, см<sup>3</sup>/мин, по расходомеру;

в) определить среднее арифметическое значение расхода Q<sub>изм</sub>, см<sup>3</sup>/мин, на выходе генератора по формуле:

$$Q_{изм} = \frac{\sum_{i=1}^n Q_i}{n}, \quad (3)$$

где n - число измерений.

г) привести значение расхода к нормальным условиям  $Q_{изм,пр}$ , см<sup>3</sup>/мин, по формуле

$$Q_{изм,пр} = \frac{P \cdot 293 \cdot Q_{изм}}{760 \cdot (273 + t)}, \quad (4)$$

где  $P$  – значение атмосферного давления, мм рт. ст.;

$t$  – значение температуры окружающего воздуха, °С.

д) рассчитать значение относительной погрешности установления расхода  $\delta_r$ , %, по формуле

$$\delta_r = \frac{Q_{уст} - Q_{изм,пр}}{Q_{изм,пр}} \cdot 100, \quad (5)$$

где  $Q_{уст}$  – значение расхода установленное по индикатору генератора, см<sup>3</sup>/мин.

е) выполнить действия по пп. б) – д) для значений расхода 900 и 1500 см<sup>3</sup>/мин.

Генератор считается выдержавшим проверку, если полученные значения относительной погрешности установления расхода не превышают ± 2 %.

6.4.2 Определение относительного изменения расхода за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим

Определение относительного изменения расхода за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим проводить для расхода 300 см<sup>3</sup>/мин в следующем порядке:

а) к штуцеру «ВЫХОД 1» генератора подсоединить расходомер;

б) установить по индикатору генератора значение расхода газа равное 300 см<sup>3</sup>/мин;

в) каждые два часа в течение 8 ч непрерывной работы генератора проводить измерение значения расхода газа  $Q_{изм,пр}^i$ , см<sup>3</sup>/мин, по методике пп. б) – г) п. 6.4.1;

г) рассчитать значение относительного изменения расхода газа за 8 ч непрерывной работы  $\delta_{изм}$ , %, по формуле

$$\delta_{изм} = \frac{Q_{изм,пр}^1 - Q_{изм,пр}^{max}}{Q_{изм,пр}^1} \cdot 100, \quad (6)$$

где  $Q_{изм,пр}^1$  – первоначальное измеренное значение расхода, см<sup>3</sup>/мин;

$Q_{изм,пр}^{max}$  – измеренное значение расхода с максимальным отклонением от первоначально измеренного значения расхода за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим, см<sup>3</sup>/мин.

Генератор считается выдержавшим проверку, если полученное значение относительного изменения расхода не превышает ± 2 %.

6.4.3 Определение абсолютной погрешности установления температуры

Для определения абсолютной погрешности установления температуры на термостат надеть технологическую крышку и установить в нее термометр электронный ЛТ-300.

Определение абсолютной погрешности установления температуры проводить в следующем порядке:

а) включить генератор и установить согласно ИБЯЛ.413142.002 РЭ:

- расход на выходе генератора равным 300 см<sup>3</sup>/мин,

- температуру термостата равную 30 °С;

б) контролировать выход генератора на режим терmostатирования по показаниям термометра. Зафиксировать температуру в термостате по показаниям термометра ЛТ-300 через 2 ч после включения генератора;

в) установить расход на выходе генератора равным 1500 см<sup>3</sup>/мин, через 15 мин по показаниям термометра ЛТ-300 зафиксировать температуру в термостате.

г) не выключая генератор, повторить операции по пп. а) – в) для значений температуры 70 и 120 °С.

д) рассчитать значение абсолютной погрешности установления температуры  $\Delta T$ , °С, по формуле

$$\Delta T = T_{\text{уст}} - T_d, \quad (7)$$

где  $T_{\text{уст}}$  - установленное значение температуры термостата генератора,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$T_d$  - действительное значение температуры, измеренное термометром ЛТ-300,  $^{\circ}\text{C}$ .

Генератор считается выдержавшим проверку, если максимальное значение абсолютной погрешности установления температуры не превышает:

$\pm 0,2 ^{\circ}\text{C}$  на участке диапазона температуры от  $+30$  до  $+70 ^{\circ}\text{C}$ ;

$\pm 0,4 ^{\circ}\text{C}$  на участке диапазона температуры от  $70$  включ. до  $120 ^{\circ}\text{C}$ .

#### 6.4.4 Определение абсолютного изменения температуры за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим

Определение абсолютного изменения температуры за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим проводить в следующем порядке:

- на термостат надеть технологическую крышку и установить в нее термометр электронный ЛТ-300;

- включить генератор и установить согласно ИБЯЛ.413142.002 РЭ:

- расход на выходе генератора равным  $1500 \text{ см}^3/\text{мин}$ ,

- температуру термостата равную  $120 ^{\circ}\text{C}$ ;

- контролировать выход генератора на режим терmostатирования по показаниям термометра, зафиксировать температуру в термостате по показаниям ЛТ-300 через каждые 2 ч в течение 8 ч непрерывной работы генератора;

- рассчитать значение абсолютного изменения температуры за 8 ч непрерывной работы  $\Delta_{\text{изм}}$ ,  $^{\circ}\text{C}$ , по формуле

$$\Delta_{\text{изм}} = T_1 - T_{\text{max}}, \quad (8)$$

где  $T_1$  – первоначальное измеренное значение температуры,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$T_{\text{max}}$  – измеренное значение температуры с максимальным отклонением от  $T_1$  за 8 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим,  $^{\circ}\text{C}$ .

Генератор считается выдержавшим проверку, если полученное значение изменения температуры не превышает  $\pm 0,1 ^{\circ}\text{C}$ .

#### 6.5 Проверка соответствия метрологических характеристик источников микропотока и поворочного нулевого газа предъявляемым им требованиям

Источники микропотоков должны удовлетворять следующим требованиям (по паспорту):

а) не истекший срок годности ИМ;

б) соответствие температуры, при которой определена производительность ИМ, и температуры термостата генератора;

в) соответствие номера ИМ указанному в паспорте;

г) погрешность определения производительности ИМ не должна превышать  $\pm 5 \%$  отн (для производительности ИМ  $\geq 1 \text{ мкг/мин}$ ) и  $\pm 7 \%$  отн. (для производительности ИМ  $< 1 \text{ мкг/мин}$ );

д) ИМ должны быть заполнены веществом не менее, чем на  $10 \%$  от объема.

ПНГ должен удовлетворять следующим требованиям (по паспорту):

а) не истекший срок годности ПНГ;

б) соответствие номера баллона номеру, указанному в паспорте;

в) давление в баллонах должно быть не менее  $10 \text{ кгс/см}^2$ .

#### 6.6 Определение относительной погрешности генератора (комплектная поверка)

Относительная погрешность генератора определяется методом компарирования с использованием ГСО состава  $\text{SO}_2/\text{N}_2$  в баллоне под давлением или газовой смеси от генератора ГГС в комплекте с источником микропотока  $\text{SO}_2$  и газоанализатора АНКАТ-7631 Микро- $\text{SO}_2$ , используемого в качестве компаратора.

Относительная погрешность генератора определяется путем поочередной подачи на газоанализатор АНКАТ-7631 Микро- $\text{SO}_2$  эталонных газовых смесей (ГСО состава  $\text{SO}_2/\text{N}_2$  в баллоне под давлением или газовой смеси от генератора ГГС в комплекте с источником микропотока  $\text{SO}_2$ )

и газовой смеси от генератора. Содержание SO<sub>2</sub> в компарируемых газовых смесях не должно отличаться друг от друга более, чем на ± 10 %.

Число измерений «n» - не менее 5.

На основании данных, полученных в процессе компарирования, рассчитываются средние арифметические значения показаний газоанализатора при подаче эталонной ГС -  $\bar{C}_1$ , мг/м<sup>3</sup>, и показаний газоанализатора при подаче ГС от генератора -  $\bar{C}_2$ , мг/м<sup>3</sup> по формулам

$$\bar{C}_1 = \frac{\sum_{i=1}^n C_{1i}}{n}, \quad (9)$$

$$\bar{C}_2 = \frac{\sum_{i=1}^n C_{2i}}{n}, \quad (10)$$

Для значений  $C_{1i}$  и  $C_{2i}$  проводят расчет СКО ( $S_{01}$  и  $S_{02}$ , %) по формуле 2. Значения  $S_{01}$  и  $S_{02}$  не должны превышать 3 %.

Массовая концентрация (С, мг/м<sup>3</sup>) содержания SO<sub>2</sub> в ГС подаваемой от генератора

$$C = \frac{C\delta \cdot \bar{C}_2}{\bar{C}_1}, \quad (11)$$

где  $C\delta$  – действительное значение массовой концентрации SO<sub>2</sub> в эталонной ГС, мг/м<sup>3</sup>.

Относительная погрешность генератора, δ, %, рассчитывается по формуле

$$\delta = \frac{C_g - C}{C} \cdot 100, \quad (12)$$

где  $C_g$  - действительное значение массовой концентрация SO<sub>2</sub> в газовой смеси на выходе генератора, рассчитанное в соответствии с данными, приведенными в паспорте на ИМ, мг/м<sup>3</sup>.

Генератор считается выдержавшим проверку, если полученное значение относительной погрешности не превышает ± 8 %.

## 7        Оформление результатов поверки

- 7.1      При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.
- 7.2      Генераторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в эксплуатационной документации и/или выдают свидетельство о поверке установленной формы.
- 7.3      При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.
- 7.4      Знак поверки наносится на свидетельство о поверке или на эксплуатационный документ.