

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

И.И. Ханов
« 15 » января 2015 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Источники микропотоков паров ртути
ИМ-Hg - рабочие эталоны 1-го разряда

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1840-2015

н.р. 60554 - 15

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

Л.А. Конопелько

" ____ " _____ 2015 г.

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

Н.Б. Шор

" ____ " _____ 2015 г.

2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на источники микропотоков паров ртути ИМ-Hg - рабочие эталоны 1-го разряда (далее – ИМ-Hg) и устанавливает методы и средства первичной поверки до ввода в эксплуатацию и в процессе эксплуатации.

ИМ-Hg являются рабочими эталонами 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578-2008 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах» и служат для передачи единицы массовой концентрации ртути (в комплекте с термодиффузионными генераторами газовых смесей).

Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке о ввода в эксплуатацию	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Проверка заполнения ИМ	6.2	да	да
3 Определение относительной погрешности	6.3	да	да

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

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.

Номер пункта НД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
1	2
6.2	Весы аналитические Sartorius Micro 210 P. Наибольший предел взвешивания не менее 20 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,010$ мг
6.3	Эталонный комплекс аппаратуры, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154–2011. Эталоны сравнения – ИМ паров по ГОСТ 8.578-2008 с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице А.1 приложения А. Генератор газовых смесей термодиффузионного типа ТДГ-01: диапазон установления температуры термостата от 30 °С до 100 °С; пределы допускаемой абсолютной погрешности задания и поддержания температуры не более $\pm 0,1$ °С; пределы допускаемой относительной погрешности задания и поддержания расхода не более ± 1 %

Продолжение таблицы 2.

1	2
6.3	Анализатор-компаратор, диапазон измерений (20 – 20000) нг/м ³ , относительное среднее квадратическое отклонение показаний (S_o) не более 2,0 %. Эксикатор, пинцет.
6.3	Азот газообразный особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9293 в баллоне под давлением.
6.3.	Ротаметр РМ-А-0,063 ГУЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4
4,6	Термометр ТЛ-4, цена деления 0,1 °С, ГОСТ 28498-90 Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79. Психрометр аспирационный МБ-4М, ГОСТ 6353-52, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100%.

2.2 Допускается применение других средств поверки, не указанных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик ИМ с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

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

3.2 При работе с ИМ необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с токсичными и ядовитыми веществами.

3.3 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).

3.4 При работе с ИМ сброс газовых смесей должен производиться через поглотитель с раствором перманганата калия, расположенный в вытяжном шкафу.

3.5 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.

3.6 К проведению поверки ИМ допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 8.578-2008, и эксплуатационной документацией на генератор и ИМ, имеющих квалификацию поверителя, действующий аттестат и прошедших инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

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 Подготавливают поверяемый ИМ-Нг к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации (ЭД).

5.2 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их ЭД.

5.3 Проверяют наличие паспортов и сроков годности ГС в баллонах под давлением и эталонов сравнения – ИМ паров.

5.4 Баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, поверяемый ИМ – не менее 12 часов.

5.5 Подготовить к работе эталонный комплекс, входящий в состав ГПЭ ГЭТ 154-2011, в соответствии с Хд 1.456.446 РЭ перед выполнением работ по передаче единицы.

При подготовке к работе эталонных комплексов проводятся следующие операции:

5.6.1 Включение, прогрев и проведение предварительных тестовых настроек термодиффузионного генератора ТДГ-01, анализатора-компаратора, входящих в состав эталонных комплексов, а также подготовка и подключение баллонов с газом-разбавителем.

5.6.2 Вывод на режим термодиффузионного генератора ТДГ-01 по расходу и температуре и проведение настройки расхода (температуры).

5.6.3 Определение погрешности установления расхода газа-разбавителя в генераторе газовых смесей.

5.6.4 Определение случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение - СКО) анализатора-компаратора.

5.7 Устанавливают режим работы термодиффузионного генератора газовых смесей:

- температура термостата T_n , °С (в соответствии с номинальной температурой, приведенной в паспорте на ИМ);

- расход ГС на выходе генератора Q , см³/мин, (в соответствии с требованиями по расходу компаратора).

Примечание:

1. Показания компаратора при подаче ГС должны быть в пределах от 0,2 до 0,8 долей от верхнего диапазона измерений.

2. Подача ГС на компаратор должна проводиться через тройник с контролем сброса избыточной ГС по ротаметру.

5.8 Выдерживают перед проведением измерений поверяемый ИМ-Нг и эталон сравнения – ИМ в генераторе газовых смесей термодиффузионного типа при номинальном значении температуры T_n , °С, указанной в паспорте соответствующего ИМ, не менее 2-х часов. Устанавливают расход азота в линии термостата (100 ± 20) см³/мин.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности источников микропотоков ИМ-Нг требованиям в НД;

- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность и безопасность ИМ-Нг.

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

6.2 Проверка заполнения ИМ-Hg

Проверку заполнения выполняют путем взвешивания ИМ-Hg на аналитических весах.

Результаты проверки заполнения ИМ-Hg считают положительными, если отклонение измеренного значения массы от первоначального значения массы, указанного в паспорте, не превышает:

- 0,3 г (при первичной поверке до ввода в эксплуатацию),
- 0,6 г (при периодической поверке).

6.3 Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности проводят путем определения производительности ИМ-Hg на эталонной установке.

6.3.1 Определение производительности ИМ проводят методом компарирования, который заключается в сравнении выходных сигналов анализатора-компаратора, полученных при последовательной подаче на него аттестованной (от эталона сравнения) и аттестуемой газовой смеси (ГС), создаваемой поверяемым ИМ. При этом расхождение концентраций в ГС не должно превышать 15 %.

Для поверки используют эталоны сравнения – ИМ паров согласно таблице А.1. приложения А.

Определение относительной погрешности проводится в соответствии с методикой измерений, приведенной в Хд 1.456.446 МИ.

Число измерений – не менее 20.

6.3.2 Рассчитывают значение производительности поверяемого ИМ-Hg, G_u , нг/мин, по формуле

$$G_u = G_{\delta}^{\text{ЭС}} \cdot \frac{A}{A^{\text{ЭС}}} \quad (1)$$

где A – среднее арифметическое значение показаний компаратора при подаче ГС от генератора при установленном в него поверяемом ИМ-Hg, нг/м³;

$A^{\text{ЭС}}$ – среднее арифметическое значение показаний компаратора при подаче ГС от генератора при установленном в него эталоне сравнения - ИМ-Hg, нг/м³;

$G_{\delta}^{\text{ЭС}}$ – аттестованное значение производительности эталона сравнения ИМ, указанное в паспорте, нг/мин.

6.3.3 Значение относительной погрешности ИМ-Hg (δ , %), рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{G_n - G_u}{G_u} \cdot 100 \quad (2)$$

G_n – номинальное значение производительности поверяемого ИМ-Hg, указанное в паспорте, нг/мин.

6.3.4 Результаты определения погрешности ИМ-Hg считают положительными, если полученное значение погрешности не превышает пределов допускаемой погрешности, равных ± 6 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2 При положительных результатах поверки ИМ-Hg признают годным к применению и выписывают на него свидетельство о поверке установленной формы. Форма обо-

ротной стороны свидетельства о поверке ИМ-Нг приведена в приложении Б.

7.3 При отрицательных результатах поверки ИМ-Нг не допускают к применению и выдают извещение о непригодности установленной формы согласно с указанием причин непригодности.

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики ИМ-эталонов сравнения,
используемых при поверке ИМ-Hg

Таблица А.1 – Метрологические характеристики ИМ-эталонов сравнения, используемых при поверке.

Номер эталона сравнения	Компонент	Производительность, нг/мин	Доверительная относительная погрешность, % (при $P = 0,99$)
Хд.2.706.139-ЭТ23	Ртуть	0,1 – 100	± 4

Приложение Б
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

- 1) Наименование ИМ, тип _____
- 2) Заводской номер _____
- 3) Принадлежит _____
- 4) Наименование изготовителя _____
- 5) Дата выпуска _____
- 6) Наименование нормативного документа по поверке _____
- 7) Средства поверки: _____
- 8) Вид поверки (первичная/периодическая)
(нужное подчеркнуть)
- 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-Hg _____
 - 10.3) Определение относительной погрешности

Измеренное (действительное) значение производительности, G_n , нг/мин	Значение производительности ИМ, приведенное в паспорте на ИМ-Hg, G_n , нг/мин	Значение относительной погрешности, полученное при поверке, %

Вывод: _____

Заключение _____, зав. №

(тип СИ)

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

Подпись поверителя _____