

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Ханов Н.И.

2015 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Комплекс УСК - рабочий эталон 2-го разряда

Методика поверки

МП-242-1871-2015

н.р. 60591-15

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

Санкт-Петербург

2015

Настоящая методика распространяется на комплекс УСК - рабочий эталон 2-го разряда (далее - комплекс) и устанавливает методику его первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

В соответствии с данной методикой поверки осуществляется передача единицы массовой концентрации компонентов от ГПЭ ГЭТ 154-2011 рабочему эталону 2-го разряда – установке УСК.

Интервал между поверками - 1 год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
2.1 Прогрев и проверка общего функционирования	6.2.1	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
3.1 Определение относительной погрешности поддержания объемного расхода ППГС в течение 5 часов непрерывной работы	6.3.1	Да	Да
3.2 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры термостата в течение 5 часов непрерывной работы	6.3.2	Да	Да
3.3 Определение абсолютной погрешности поддержания относительной влажности ППГС на выходе комплекса в течение 5 часов непрерывной работы	6.3.3	Да	Да
3.4 Определение относительной погрешности	6.3.4	Да	Да

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

2 Средства поверки

2.1 Для проведения поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки. Требования к средству поверки. Основные метрологические или технические характеристики.
6.3.4	Государственный первичный эталон единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011 в составе: Комплекс для измерения молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых смесях на основе химически активных газов(Б4), включающий генераторы газовых смесей термодиффузионный ТДГ-01 и динамический ГГС-03-03; Установка для измерения массовой концентрации компонентов, в том числе в увлажненных газовых смесях (Б4); Комплекс для измерения молярной доли. в бинарных и многокомпонентных газовых смесях (Б5)
6.3.4	Газовые смеси (ГС) в баллонах под давлением – эталоны сравнения по ГОСТ 8.578-2008. Перечень ГС представлен в таблице А.1 приложения А настоящей методики поверки.
6.3.4	Источники микропотоков (ИМ) газов и паров – эталоны сравнения по ГОСТ 8.578-2008. Перечень ИМ представлен в таблице А.2 приложения А настоящей методики поверки.
6.3.1	Расходомер-счетчик газа РГС модификации РГС-1 по ШДЕК 421322.001 ТУ (№ 20831-06 в Госреестре СИ РФ). Диапазон измерений расхода (0,2 - 2,0), (2 - 25) $\text{дм}^3/\text{мин}$, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 1 \%$
6.3	Газ-разбавитель: поверочный нулевой газ –воздух по ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный по ГОСТ 9293-74
6.3.4	Средства измерений, указанные в МИ массовой концентрации ДНПГ и бензина, аттестованных ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
6.3.3	Гигрометр Rotronic модификации HYGROpalm, номер Госреестра 26379-10, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %, абсолютная погрешность не более $\pm 1 \%$
6	Редуктор АР-10 по ТУ 26-05-196-74
6	Секундомер СОПпр-26-3-211 по ГОСТ 5072-79, кл. точности 3.
6	Часы 60ЧП по ТУ 25-07-1042-83
4, 6	Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25011.1513.-79 (№ 5738-76 в Госреестре РФ), диапазон измеряемого атмосферного давления от 610 до 790 мм рт.ст., предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт.ст., диапазон рабочих температур от 10 °С до 50 °С.
4, 6	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90 (№ 303-91 в Госреестре РФ), диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С
4, 6	Психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-1607.054-85 (№ 10069-85 в Госреестре РФ), диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус 10 °С до 30 °С.

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

2.3 Применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны сравнения -газовые смеси (ГС) в баллонах и источники микропотоков ИМ -- действующие паспорта.

3 Требования безопасности

3.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.3 Требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденными Федеральной службой по экологическому, технологическому и атомному надзору.

3.4 При работе с ИМ соблюдают правила хранения и применения, указанные в Инструкциях по применению, прилагаемых к Паспортам на указанные средства.

3.5 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности, приведенные в руководствах по эксплуатации на средства поверки и в руководстве по эксплуатации на комплекс.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха, оС: от 15 до 25;
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха, %: от 30 до 80;
- диапазон атмосферного давления, кПа: от 84 до 106,7;
- изменение температуры окружающего воздуха за время проведения поверки не должно превышать 2 °С.

5. Подготовка к поверке

5.1 Выдержать рабочие эталоны 1-го разряда (ГС в баллонах под давлением) применяемые в установке, в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемую установку – в течение 2 ч.

5.2 Подготовить поверяемый комплекс к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации ДЦТК.441365.000 РЭ ДЦТК.441365.001 РЭ, ДЦТК.441365.002 РЭ (далее – РЭ).

5.3 Выдержать эталоны сравнения (ГС в баллонах под давлением и ИМ газов и паров) в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, средства поверки – в течение 2 ч.

5.4 Проверить наличие паспортов и сроки годности эталонов сравнения, срок действия свидетельств о поверке на средства поверки.

5.5 Подготовить к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5.6 Подготовить к работе эталонные комплексы, входящие в состав ГПЭ ГЭТ 154-2011, в соответствии с Хд 1.456.445 МИ, Хд 1.456.446 МИ 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 генератора газовых смесей ГГС-03-03 и термодиффузионного генератора ТДГ-01, газоанализаторов-компараторов, входящих в состав эталонных комплексов, а также подготовка и подключение баллонов с газом-разбавителем и исходной газовой смесью (эталонные сравнения).

5.6.2 Вывод на режим генератора газовых смесей ГГС-03-03 и термодиффузионного генератора ТДГ-01 по расходу (по температуре – для ТДГ-01) и проведение настройки расхода (температуры).

5.6.3 Определение погрешности установления расхода газа-разбавителя и исходного газа в генераторе газовых смесей ГГС-03-03.

5.6.4 Определение случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение - СКО) газоанализаторов-компараторов:

5.7 Проверить возможность приготовления на поверяемой установке ГС с содержанием, соответствующим (20 - 90) % диапазона измерений газоанализатора-компаратора.

5.8 Подготовить к работе расходомер-счетчик газа РГС-1 в соответствии с его руководством по эксплуатации.

5.9 Пересчет массовой концентрации C , мг/м³, в объемную долю X , млн⁻¹, проводят по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V_m}{M} \quad (5.1.)$$

где V_m – молярный объем газа-разбавителя - азота или воздуха, равный 24,04 или 24,06, соответственно, при нормальных условиях (20 °С и 101,3 кПа), дм³/моль;

M – молярная масса определяемого компонента, г/моль.

6. Проведение поверки

6.1 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие комплекса следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- маркировка и комплектность, соответствующая указаниям РЭ;
- четкость надписей на панелях.

6.1.2 Исходные ГС в баллонах под давлением, применяемые с поверяемым комплексом (в соответствии с РЭ), должны удовлетворять следующим требованиям (по паспорту):

- срок годности ГС;
- соответствие номера баллона номеру, указанному в паспорте;
- погрешность аттестации ГС не должна превышать значений ± 4 %;
- содержание определяемого компонента в ГС не должно превышать 1 % (об.);
- давление в баллонах должно быть не менее 1 МПа (10 кгс/см²).

6.1.3. Исходные вещества, используемые в установке УСК, должны удовлетворять требованиям, указанным в НД на них (ГОСТ, ТУ).

6.1.4. Средства измерений (измеритель влажности и температуры «ТКА-ТВ», счетчик газовый барабанный ГСБ-400), входящие в состав комплекса, должны иметь действующие свидетельства о поверке.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если комплекс соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Прогрев и проверка общего функционирования

При проверке общего функционирования комплекса проверяют выполнение при включении всех операций в соответствии с РЭ.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительной погрешности поддержания объемного расхода ППГС

6.3.1.1 Определение погрешности поддержания расхода ППГС проводят для расхода, соответствующего (20 – 30) % от верхнего предела проверяемого диапазона расхода каждой установки комплекса (см. Приложение Б).

Примечание: Расход газа, задаваемый на каждой установке в диапазоне, приведенной в таблицах Б.1 и Б.2 Приложения Б, измеряется с помощью счетчика газа, входящего в состав комплекса.

Измерения выполняют в следующей последовательности:

а) подают на вход линии газа-разбавителя и линии исходного газа азот или очищенный воздух (см. Приложение А);

б) к выходному штуцеру установки подсоединяют счетчик газа, проводят измерение расхода не менее 2-х раз и рассчитывают среднее арифметическое значение расхода (Q_n - $\text{дм}^3/\text{мин}$);

в) повторяют измерения каждый час в течение 5 часов непрерывной работы установок.

6.3.1.2 Рассчитывают относительную погрешность поддержания расхода газа на выходе установки, δ_n , %, по формуле:

$$\delta_n = \frac{Q_u^{\max} - Q_n}{Q_n} \cdot 100 \quad (6.1)$$

где Q_u^{\max} - измеренное значение расхода с максимальным отклонением от первоначально измеренного значения расхода за 5 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим, $\text{дм}^3/\text{мин}$;

Q_n - первоначальное измеренное значение расхода, $\text{дм}^3/\text{мин}$.

Относительная погрешность поддержания расхода газа в течение 5 ч непрерывной работы для каждой установки не должна превышать значений, приведенных в таблице Б.1 Приложения Б.

6.3.2. Определение абсолютной погрешности поддержания температуры термостата (для установки УСК)

6.3.2.1 Определение погрешности поддержания температуры термостата проводят для температуры, соответствующей нижнему значению диапазона измерений установки комплекса (см. Приложение Б).

Примечание: Температура термостата для каждой установки в диапазоне, приведенном в таблице Б.1 Приложения Б, задается контактным термометром и измеряется с помощью термометра (измерителя влажности и температуры «ТКА-ТВ»), входящего в состав комплекса.

Измерения выполняют в следующей последовательности:

а) вставляют в термостат термометр с ценой деления $0,1^\circ\text{C}$;

б) после стабилизации температуры повторяют измерения каждый час в течение 5 часов непрерывной работы комплекса.

6.3.2.2. Рассчитывают абсолютную погрешность поддержания температуры в термостате, Δ_n , °C, по формуле:

$$\Delta_n = T_u^{\max} - T_n \quad (6.2.)$$

где T_u^{\max} - измеренное значение температуры с максимальным отклонением от первоначально измеренного значения температуры за 5 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим, °C;

T_n - первоначальное измеренное значение температуры, °C.

Абсолютная погрешность поддержания температуры в течение 5 ч непрерывной работы каждой установки не должна превышать значений, приведенных в таблице Б.1 Приложения Б.

6.3.3. Определение погрешности поддержания относительной влажности ППГС на выходе комплекса в течение 5 часов непрерывной работы

Примечание: Влажность ППГС для каждой установки в диапазоне, приведенном в таблице Б.1 Приложения Б, задается в соответствии с РЭ на установки и измеряется с помощью гигрометра (измерителя влажности и температуры «ТКА-ТВ»), входящего в состав комплекса.

6.3.3.1. Определение погрешности поддержания относительной влажности проводится для влажности, соответствующей нижнему значению диапазона измерений каждой установки комплекса (см. Приложение Б), выполняют в следующей последовательности:

а) создают путем задания соответствующих расходов сухого и влажного воздуха, подаваемых в смеситель, необходимую влажность ППГС на выходе каждой установки, входящей в состав комплекса (в соответствии с РЭ на комплекс).

б) измеряют полученное значение относительной влажности после выхода на режим с использованием гигрометра

в) повторяют измерения каждый час в течение 5 часов непрерывной работы установок.

6.3.3.2. Рассчитывают относительную погрешность поддержания относительной влажности (δ_B в %) по формуле:

$$\delta_B = \frac{\varphi_u^{\max} - \varphi_n}{\varphi_n} \cdot 100 \quad (6.3)$$

где φ_u^{\max} - измеренное значение относительной влажности с максимальным отклонением от первоначально измеренного значения относительной влажности за 6 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим, %;

φ_n - первоначальное измерение относительной влажности, %.

Относительная погрешность поддержания относительной влажности в течение 5 ч непрерывной работы каждой установки не должна превышать значений, приведенных в таблицах Б.1 и Б.2 Приложения Б.

6.3.4 Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности комплекса проводят:

- методом компарирования с использованием эталонных комплексов аппаратуры для передачи размера единиц объемной (молярной) доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах, входящих в состав Государственного первичного эталона единиц

молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011. или с использованием методик измерений (для установок

- методом прямых измерений массовой концентрации динитратпропиленгликоля (ДНПГ) и бензина в соответствии с аттестованными МИ.

Метод компарирования заключается в сравнении выходных сигналов газоанализатора-компаратора, полученных при последовательной подаче на него аттестованной ГС от эталонного комплекса и аттестуемой ГС от исследуемого комплекса. При этом относительное расхождение концентраций в ГС не должно превышать 15 %.

6.3.4.1 Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации на установку ГС с концентрациями, соответствующими (20 - 90) % диапазона измерений газоанализаторов-компараторов, входящих в состав эталонных комплексов. Число концентраций – не менее 3-х.

Полученную на установке аттестуемую ГС подают на вход газоанализатора-компаратора или отбирают в поглотитель в соответствии с МИ.

Примечание: Допускается проведение измерений на площадке расположения поверяемого комплекса с использованием газоанализаторов-компараторов с градуировкой, проведенной на эталонном комплексе.

В качестве аттестованных ГС используют ГС, получаемые при помощи разбавительного генератора газовых смесей ГГС-03-03 в комплекте с эталонами сравнения - ГС в баллонах под давлением или источниками микропотоков ИМ по ГОСТ 8.578-2008.

6.3.4.2 Выполняют измерения в соответствии с методиками измерений Хд 1.456.445 МИ, Хд 1.456.446 МИ на эталонные комплексы.

Число измерений для каждой концентрации – в соответствии МИ на эталонный комплекс.

6.3.4.3 Рассчитывают массовую концентрацию определяемого компонента в каждой ГС на выходе поверяемой установки комплекса в соответствии с МИ на эталонный комплекс.

6.3.4.5 Рассчитывают относительную погрешность поверяемой установки комплекса (для каждой установки) (δ , %), для каждой задаваемой концентрации по формуле:

$$\delta = \frac{C_z - C_o}{C_o} \cdot 100 \quad (6.4)$$

где

C_z - значение массовой концентрации компонента в ППГС для каждой установки, мг/м³.

C_o - действительное значение массовой концентрации компонента в ПГС для каждой установки, измеренное при помощи эталонной установки или МИ, мг/м³.

Относительная погрешность каждой установки комплекса не должна превышать значений, приведенных в Приложении В.

7 Оформление результатов поверки

7.1 В процессе проведения поверки ведется протокол, форма которого приведена в приложении Г.

7.2 При положительных результатах поверки на комплекс выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 При отрицательных результатах поверки применение комплекса запрещается и выдается извещение о непригодности. Комплекс направляется в ремонт.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Перечень эталонов сравнения – газовых смесей ГС в баллонах и источников микропотоков ИМ, используемых для поверки комплекса.

Таблица А1. Перечень газовых смесей в баллонах под давлением – эталонов сравнения по ГОСТ 8.578-2008.

№	Определяемый и фоновый компоненты	Молярная доля компонента, %	Относительная расширенная неопределенность (U, %)* при коэффициенте охвата $k = 2$
1.	СО/воздух	0,01 – 0,1	1,5 – 0,75
2	СО/воздух	0,1 – 0,5	0,75 – 0,3

Таблица А2. Перечень источников микропотоков газов и паров – эталонов сравнения по ГОСТ 8.578-2008.

№	Тип эталона	Компонент	Производительность, мкг/мин, при температуре 30 – 150 °С	Доверительная относительная погрешность δ , % (при $P=0,95$)
1	Хд.2.706.140-ЭТ158	Несимметричный диметилгидразин (НДМГ) (Гептил)	0,1 – 1,0	2,0
2.	Хд.2.706.139-ЭТ6	Диоксид азота	1,0 – 5,0	2,0 – 1,5
2.	Хд.2.706.139-ЭТ7	Аммиак	1,0 – 5,0	2,0 - 1,5

В качестве газа-разбавителя используют: поверочный нулевой газ –воздух по ТУ 6-21-5-82.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Диапазоны температуры термостата, относительной влажности и влажности ППГС, а также пределы допускаемой погрешности их поддержания

Таблица Б1. Установка УСК

№ п/ п	Характеристики	Обозначение установки		
		УСК ДЦТК.441365.0 02 (зав. № 9/ПР)	УСК ДЦТК.44136 5.002 (зав. № 3/ГЕ)	УСК ДЦТК.441365.0 02 (зав. № 6/УГЛ)
1.	Диапазон задания температура термостата дозатора (термостат 1), °С	28-35	25	25
2.	Пределы допускаемой абсолютной погрешности поддержания температуры термостатирования дозатора*, °С	±0,5	±0,5	± 0,5
3.	Диапазон относительной влажности ППГС, %	30-90	30-90	30-90
4.	Пределы допускаемой относительной погрешности поддержания относительной влажности*, %	±10	±10	±10
5.	Диапазон объемного расхода, дм³/мин	1,7-4,5	2,5-6,5	2,3-4,0
6.	Пределы допускаемой относительной погрешности поддержания расхода*, %	±2	±2	±2
Примечание: *в течение 5 ч непрерывной работы.				

Таблица Б.2. Установка УСК (СИ)

№ п/п	Характеристики	Обозначение установки		
		УСК (СИ) ДЦТК.441365. 001 (зав. № 2/NO)	УСК (СИ) ДЦТК.44136 5.001 (зав. № 7/AM)	УСК (СИ) ДЦТК. 441365.001 (зав. № 4/CO)
1.	Диапазон задания температуры термостата (термостат 1) °С	20 - 30	20 - 30	20 - 30
2.	Диапазон относительной влажности ППГС, %	30-90	30-90	30-90
3.	Пределы допускаемой относительной погрешности поддержания относительной влажности*, %	±10	±10	±10
4.	Диапазон объемного расхода, дм³/мин	3,0-9,0	4,0-6,0	2,0-6,1
5.	Пределы допускаемой относительной погрешности поддержания расхода *, %	±2,0	±2,0	±2,0
Примечание: *в течение 5 ч непрерывной работы.				

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Метрологические характеристики комплекса УСК - рабочего эталона 2-го разряда
Таблица В.1

Таблица В.1

Обозначение установки, заводской номер	Определяемое вещество	Диапазон воспроизведения массовой концентрации, мг/м ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
Установка УСК			
УСК ДЦТК.441365.002 (зав.№9/ПР)	Динитрат-пропиленгликоль (ДНПГ)	0,05-1,80	± 12
УСК ДЦТК.441365.002 (зав.№6/УГЛ)	Бензин	50-500	± 12
УСК ДЦТК.441365.002 (зав.№3/ГЕ)	Несимметричный диметилгидразин (НДМГ)	0,05-5	± 12
Установка УСК (СИ)			
УСК ДЦТК.441365.001 (зав. № 2/NO2) (СИ)	Диоксид азота	0,5 – 5,0	± 12
УСК ДЦТК.441365.001, (зав. № 7/АМ) (СИ)	Аммиак	0,8 – 3,2	± 12
УСК ДЦТК.441365.001, (зав. № 4/СОМ) (СИ)	оксид углерода	5,0 – 50 (0,1 – 7,0) г/м ³	± 12 ± 12

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

Форма протокола поверки

Комплекс УСК - рабочий эталон 2-го разряда

Заводской номер _____

Принадлежит _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____

атмосферное давление _____

относительная влажность воздуха _____

Результаты поверки

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования

2.1 Результаты проверки общего функционирования _____

3 Определение метрологических характеристик (для каждой установки)

Определяемые метрологические характеристики	Пределы допускаемой погрешности	Значения погрешности, полученные при поверке
1 Определение относительной погрешности поддержания объемного расхода ПГС в течение 5 часов непрерывной работы	см. таблицу Б.1 (Б.2)	
2 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры термостата в течение 5 часов непрерывной работы	см. таблицу Б.1	
3 Определение абсолютной погрешности поддержания относительной влажности ПГС на выходе комплекса в течение 5 часов непрерывной работы	см. таблицу Б.1 (Б.2)	
4 Определение относительной погрешности комплекса	см. таблицу В.1.	

Заключение _____

Поверитель _____