

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
М.п. 16 апреля 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Установка динамическая «Микрогаз-4»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242- 2217-2018

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

Ю.А. Кустиков
" 16 " 2018 г.

Разработчик:
научный сотрудник

Н.Б. Шор
" 16 " 2018 г.

Санкт-Петербург
2018

Настоящая методика поверки распространяется на установку динамическую «Микрогаз-4» (далее - установку) устанавливает методы и средства ее первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Установка предназначена для воспроизведения единицы массовой концентрации (объемной доли) компонентов в воздухе или азоте, приведенных в таблице А2, и ее передачи рабочим средствам измерений в соответствии с ГОСТ 8.578-2014 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2		
2.1 Проверка общего функционирования	6.2.1	да	да
2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
3.1 Определение относительной погрешности задания расхода газа	6.3.1	да	да
3.2 Определение относительной погрешности поддержания расхода в течение 6-ти часов непрерывной работы	6.3.2	да	да
3.3 Определение абсолютной погрешности задания температуры в термостате	6.3.3	да	да
3.4 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате в течение 6-ти часов непрерывной работы	6.3.4	да	да
3.5 Определение относительной погрешности установки	6.3.5	да	да

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6	Прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 53505-13)
6.3	Источники микропотоков (ИМ) газов и паров NO ₂ – эталоны сравнения или ИМ 0-го разряда по ГОСТ 8.578.
6.3	Генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Т или ГГС-К (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 62151-15).
6.3	Газоанализатор-компаратор на диоксид азота, относительное СКО среднего арифметического показаний не более 2 %. например, газоанализатор АС32М/CNH ₃ модификаций АС32М, АС32М/CNH ₃ (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 55213-13)
6.3	Калибратор расхода газа Cal=Trak SL-800 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 37946-08)
6.3	Термометр сопротивления платиновый низкотемпературный ТСПН-4М (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 11567-88) в комплекте с преобразователем сигналов ТС и ТП ТЕРКОН (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 23245-08).
6	Азот особой чистоты 1-го или 2-го сорта в баллоне под давлением по ГОСТ 9293-74.
6	Редуктор баллонный ДКД 8-65 по ТУ 26-05-235-70.
6	Секундомер электронный Счет-1М (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 40929-09).

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

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны сравнения - ИМ газов и паров - действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

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

3.1.2. Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.1.3 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением", утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

3.1.4 При монтаже и работе с установкой необходимо соблюдать общие требования безопасности «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утверждённые

приказом Минэнерго РФ № 6 от 13.01.2003, и «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утверждённые приказом Минтруда России № 328н от 24.07.2013, введённые в действие с 04.08.2014 г.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа;
относительная влажность воздуха до 80 %.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

1) выдерживают поверяемую установку в течение 2 ч в помещении, в котором проводят поверку если установка транспортировалась при отрицательной температуре, выдержать ее в транспортной таре при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ не менее 6 ч;

2) подготавливают поверяемую установку к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации (далее – РЭ);

3) проверяют наличие паспортов и сроки годности эталонов сравнения, срок действия свидетельств о поверке на средства поверки.

4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5) выбирают режим приготовления на поверяемой установке ГС с содержанием, соответствующим $(20 - 90) \%$ диапазона измерений газоанализатора-компаратора.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие установки следующим требованиям:

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

6.1.2 Источники микропотоков (ИМ) газов и паров, применяемые в комплекте с поверяемой установкой, должны удовлетворять следующим требованиям (по свидетельству о поверке):

- действующий срок годности ИМ;
- температура, при которой определена производительность ИМ;
- соответствие номера ИМ номеру, указанному в свидетельстве о поверке;
- относительная погрешность определения производительности ИМ не должна превышать $\pm 7 \%$;

- ИМ должны быть заполнены веществом не менее чем на 30 % объема.

Примечание: для ИМ газов и паров, применяемых в комплекте с поверяемой установкой, допускается проведение проверки по свидетельствам.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если установка и ИМ газов и паров соответствуют перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование.

6.2.1 Проверка общего функционирования.

При проверке общего функционирования установки проверяют выполнение (отображение на дисплее) при его включении всех задаваемых команд в соответствии с РЭ.

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается:

- в проверке целостности защитных пломб на сервисном разъеме RS232 и на винте крепления корпуса установки;
- в проверке заводского номера установки.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если защитные пломбы не нарушены и заводской номер установки – 11.

6.3 Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение относительной погрешности задания расхода газа.

6.3.1.1 Определение относительной погрешности задания расхода газа проводят в диапазоне расходов от 10 до 100 см³/мин и от 100 до 1000 см³/мин методом сличения заданного расхода с действительным значением расхода, измеренным при помощи калибратора расхода газа Cal=Trak SL-800 (далее – калибратор расхода).

Измерения выполняют в следующей последовательности:

- а) подают на линию входа установки, соответствующую верхнему пределу диапазона расхода, азот из баллона под давлением;
- б) к выходному штуцеру установки подсоединяют калибратор расхода;
- в) в соответствии с РЭ на установке последовательно устанавливают расход, соответствующий 10, 30, 50, 70, 90 % от верхнего предела проверяемого диапазона расходов (но не меньше нижнего предела) и проводят измерение расхода при помощи калибратора расхода;
- г) повторяют операции по п. в) при уменьшении расхода от 90 до 10 %;
- д) для каждого заданного значения расхода рассчитывают среднее арифметическое значение (Q_{∂} , см³/мин) по двум измерениям, полученным при увеличении расхода по п. в) и при уменьшении расхода по п. г).

6.3.1.2 Для каждого значения расхода рассчитывают относительную погрешность задания расхода, δ_z , %, по формуле

$$\delta_z = \frac{Q_z - Q_{\partial}}{Q_{\partial}} \cdot 100 \quad (6.1)$$

где:

Q_z - заданное на установке значение расхода, см³/мин;

Q_{∂} - действительное значение расхода, измеренное с помощью калибратора расхода газа, см³/мин.

Относительная погрешность не должна превышать пределов, приведенных в таблице А.1 Приложения А.

Примечание. Если полученные значения относительной погрешности задания расхода газа-разбавителя находятся в диапазоне от 3,0 до 10 %, допускается ввести поправки к задаваемым на дисплее установки значениям расхода. Применять установку допускается только по заданным значениям расхода с учетом установленных для них поправок, которые должны быть указаны в свидетельстве о поверке.

6.3.2 Определение относительной погрешности поддержания расхода газа в течение 6-ти ч непрерывной работы.

6.3.2.1 Определение погрешности поддержания расхода газа-разбавителя проводят для расхода, соответствующего (20 – 30) % от верхнего предела проверяемого диапазона расхода установки. Измерение расхода проводят каждые 60 минут в течение 6-ти часов непрерывной работы установки.

6.3.2.2 Определение погрешности поддержания расхода исходной ГС проводится для расхода (20 – 30) % от верхнего предела диапазона расходов исходной ГС. Измерение расхода проводят каждые 60 минут в течение 6-ти часов непрерывной работы установки при помощи калибратора расхода газа.

6.3.2.3 Рассчитывают относительную погрешность поддержания расхода газа, δ_n , %, по формуле

$$\delta_n = \frac{Q_{\max} - Q_n}{Q_n} \cdot 100 \quad (6.2)$$

где Q_n - первоначальное измеренное значение расхода, см³/мин.

$Q_{\max}$ - измеренное значение расхода с максимальным отклонением от первоначального, полученное в течение 6-ти часов, см³/мин;

Относительная погрешность поддержания расхода газа в течение 6-ти ч непрерывной работы не должна превышать значений, приведенных в таблице А.1. Приложения А.

6.3.3 Определение абсолютной погрешности задания температуры в термостате.

Определение абсолютной погрешности задания температуры в термостате проводят методом сличения номинальной температуры в термостате исследуемой установки с действительным значением температуры, рассчитанным по градуировочной характеристике, приведенной в свидетельстве на платиновый термометр сопротивления в комплекте с преобразователем «Теркон».

Измерения выполняют в следующей последовательности:

а) вставляют в термостат вместо источника микропотока (на выходе газовой смеси) платиновый термометр, соединенный с преобразователем «Теркон», закрывают термостат и включают термодиффузионный канал в соответствии с РЭ на установку;

б) после стабилизации температуры, регистрируют показания преобразователя «Теркон» (число измерений – не менее трех);

в) рассчитывают среднее арифметическое значение.

г) рассчитывают абсолютную погрешность задания температуры в термостате, Δ_z , °С, по формуле

$$\Delta_z = T_n - T_u \quad (6.3)$$

где

T_n - заданное значение температуры в термостате установки, °С;

T_u - измеренное значение температуры, рассчитанное по градуировочной характеристике платинового термометра сопротивления, °С.

Абсолютная погрешность не должна превышать пределов, приведенных в таблице А.1 Приложения А.

6.3.4 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате в течение 6-ти ч непрерывной работы.

Измерение температуры проводят в соответствии с п. 6.4.3 через каждые 60 минут в течение 6-ти часов непрерывной работы установки.

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

$$\Delta_n = T_{\text{макс}} - T_n \quad (6.4)$$

где

T_n - первоначальное измеренное значение температуры в термостате, °C.

$T_{\text{макс}}$ - измеренное значение температуры в термостате с максимальным отклонением от первоначального, полученное в течение 6 ч, °C.

Абсолютная погрешность не должна превышать пределов, приведенных в таблице А.1 Приложения А.

6.3.5 Определение относительной погрешности установки

Определение относительной погрешности установки проводят методом компарирования с использованием - газоанализатор-компаратор на диоксид азота, диапазон измерений от 0 до 5 мг/м³, относительное СКО среднего арифметического показаний не более 2 %.

6.3.5.1 На вход установки подают азот. Для приготовления ГС используют источники микропотоков газов и паров ИМ (NO₂) – эталоны сравнения или ИМ 0-го разряда по ГОСТ 8.578.

6.3.5.2 Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации на установку не менее 2-х ГС с концентрациями, соответствующими (20 - 90) % диапазона измерений газоанализатора-компаратора.

Расчет j – той массовой концентрации (C_p в мг/м³) на выходе поверяемой установки проводится по формуле:

$$C_p^j = \frac{G}{Q_3} \quad (6.5)$$

где: G – производительность источника микропотоков ИМ, приведенная в паспорте на ИМ, мкг/мин;

Q_3 - заданный на установке объемный расход, дм³/мин.

6.3.5.3 Полученную на установке ГС подают на вход газоанализатора-компаратора не менее трех раз, фиксируют показания газоанализатора-компаратора и рассчитывают среднее арифметическое значение для каждой заданной точки по формуле:

$$\bar{A}_{\text{ср}}^j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n A_i^j \quad (6.6)$$

где:

A_i^j – i -тое показание газоанализатора-компаратора j – той заданной массовой концентрации, мг/м³;

n – количество измерений.

6.3.5.4 В качестве эталонных ГС используют ГС, полученные при помощи рабочего эталона 1-го разряда - генератора газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Т или ГГС-К (далее – генератор), в комплекте с ИМ газов и паров - эталоном сравнения или ИМ 0-го разряда по ГОСТ 8.578.

Разница между заданными значениями ГС, полученными при помощи поверяемой установки и генератора не должна превышать 20 % от заданной величины.

Полученную на генераторе подают на вход газоанализатора-компаратора не менее трех раз, фиксируют показания газоанализатора-компаратора и рассчитывают среднее арифметическое значение для каждой заданной точки по формуле:

$$\bar{A}_{ген}^j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n A_i^j \quad (6.7)$$

6.3.5.5 Рассчитывают относительное СКО среднего арифметического показаний газоанализатора-компаратора для поверяемой установки ($S_{уст}$ в %) и для генератора ($S_{ген}$ в %) по формулам

$$S_{уст} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i^j - \bar{A}_{уст}^j)^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{A}_{уст}^j} \quad (6.8)$$

$$S_{ген} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i^j - \bar{A}_{ген}^j)^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{A}_{ген}^j} \quad (6.9)$$

Полученные значения относительного СКО не должны превышать 2%. Если данное условие не выполняется, повторяют измерения по п.п 6.3.5.3 и 6.3.5.4.

6.3.5.5 Для каждого значения массовой концентрации, заданной на поверяемой установке, рассчитывают действительное значение (C_o^j мг/м³) по формуле:

$$C_o^j = \frac{\bar{A}_{уст}^j \cdot C_{ген}^j}{\bar{A}_{ген}^j} \quad (6.10)$$

где: $C_{ген}^j$ – действительное значение массовой концентрации полученной с помощью генератора, мг/м³.

6.3.5.6 Рассчитывают относительную погрешность установки, δ , %, для каждой заданной массовой концентрации по формуле:

$$\delta = \frac{C_p^j - C_o^j}{C_o^j} \cdot 100 \quad (6.11)$$

Относительная погрешность установки по термодиффузионному каналу для каждого заданного значения массовой концентрации не должна превышать значений, указанных в таблице А.2 Приложения А.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки установок составляется протокол поверки. Форма рекомендуемого протокола приведена в Приложении Б.

7.2 Установки, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке установленной формы согласно приказу Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.4 При отрицательных результатах поверки применение установок запрещается и выдается извещение о непригодности.

7.5 Знак поверки наносится на свидетельство в виде наклейки.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Таблица А.1 – Метрологические характеристики установки

Наименование характеристики	Значение
Диапазон задания температуры в термостате, °С	от 30 до 150
Пределы абсолютной погрешности задания температуры в термостате, °С	±0,3
Пределы абсолютной погрешности поддержания заданной температуры в термостате в течение 6 часов непрерывной работы, °С	±0,2
Диапазон задания расхода газа-разбавителя, см ³ /мин	от 10 до 1000
Пределы относительной погрешности задания расхода газа, %	±3,0
Пределы относительной погрешности поддержания расхода в течение 6 часов непрерывной работы, %	±1,0

Таблица А.2 – Основные метрологические характеристики установки

Компонент	Диапазон воспроизведения массовой концентрации целевого компонента ¹⁾ , мг/м ³	Пределы допускаемой относительной погрешности ²⁾ , %
SO ₂ , CS ₂ , NO ₂ , Cl ₂ , HCl, CH ₃ SH, C ₂ H ₅ SH, C ₄ H ₉ SH	от 0,1 до 30 включ. св. 30 до 500	±10 ±8
H ₂ S, NH ₃	св. 0,1 до 30 включ. св. 30 до 250	±10 ±8
CH ₂ O	от 0,1 до 30 включ. св. 30 до 80	±10 ±8
Органические соединения	от 0,1 до 30 включ. св. 30 до 1000	±10 ±8

¹⁾ Диапазоны воспроизведения массовой концентрации определены для следующих условий:

- для минимальных и максимальных значений производительности источников микропотоков (ИМ) на конкретные вещества, приведенные в описании типа на ИМ;
- для минимальных и максимальных значений объемного расхода установки, равных 10 и 1000 см³/мин, соответственно.

Расчет массовой концентрации компонента в ГС (С в мг/м³) при использовании ИМ с конкретными значениями производительности (G в мкг/мин) и объемного расхода (Q дм³/мин) проводится по формуле

$$C = \frac{G}{Q}$$

Расчет объемной доли компонента в ГС (С в млн⁻¹) проводится по формуле

$$C = \frac{G}{Q \cdot K}$$

где K - коэффициент пересчета массовой концентрации в объемную долю, рассчитанный по формуле

$$K = \frac{M}{V_m}$$

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

M – молярная масса целевого компонента, г/моль.

При использовании в установке более одного ИМ значения концентраций для одного компонента суммируются.

²⁾ Пределы допускаемой относительной погрешности термодиффузионного канала установлены при следующих условиях:

- при использовании источников микропотоков ИМ утвержденного типа с производительностью <1 мкг/мин с относительной погрешностью не более 7 %, ≥1 мкг/мин с относительной погрешностью не более 5 %;
- при использовании в качестве газа-разбавителя очищенного воздуха от генератора нулевого воздуха утвержденного типа или азота газообразного особой чистоты по ГОСТ 9293-74.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ: _____
 Владелец _____
 Зав. № _____
 Дата выпуска _____
 Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений: _____
 Наименование нормативного документа по поверке _____
 Основные средства поверки: _____
 Вид поверки (первичная/периодическая) _____
 Дата поверки: _____
 Условия поверки:
 температура окружающей среды °С;
 относительная влажность воздуха %;
 атмосферное давление кПа

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

- 1 Результаты внешнего осмотра _____
 2 Результаты опробования _____
 2.1 Проверка общего функционирования _____
 2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения _____
 3 Определение метрологических характеристик.

Наименование операции	Пределы допускаемой погрешности	Значения погрешности, полученные при поверке
3.1 Определение метрологических характеристик	см. таблицы А.1, А.2 Приложения А	
Определение относительной погрешности задания расхода газа	$\pm 3,0$ % отн.	
Определение относительной погрешности поддержания расхода в течение 6-ти часов непрерывной работы	$\pm 1,0$ % отн.	
Определение абсолютной погрешности задания температуры в термостате	$\pm 0,3$ °С	
Определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате	$\pm 0,2$ °С	
Определение относительной погрешности установки	см. таблицу А.2	

4. Заключение: _____

Поверитель _____