

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 » июля

2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Источники микропотоков газов и паров ИМ-0

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2247-2018

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

А.В. Колобова

Разработчик
научный сотрудник

Н.Б. Шор

Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на источники микропотоков газов и паров ИМ-0 (далее – ИМ-0) и устанавливает методы и средства первичной поверки при вводе в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации.

ИМ-0 являются мерами– источниками микропотоков газов и паров - рабочими эталонами 0-го разряда, которые в комплекте с термодиффузионными генераторами газовых смесей, предназначены для воспроизведения единицы массовой концентрации компонентов в газовых средах и ее передачи источникам микропотоков ИМ 1-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.578-2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах».

Перечень ИМ-0 приведен в таблице А.1 Приложения А.

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
1. Внешний осмотр	6.1
2 Проверка заполнения ИМ-0	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-0, заполненные веществом не менее, чем на 30 % от полной вместимости или от массы вещества, указанной в паспорте.

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 $\pm 0,4$ °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
6.2	Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427-75, верхний предел измерений 150 мм или более, цена деления 1 мм Весы по ГОСТ OIML R 76-1 не ниже высокого класса точности. Наибольший предел взвешивания 20 г или более, дискретность ≤ 1 мг
6.3	Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016 Источники микропотоков газов и паров ИМ-ЭС – эталоны сравнения (меры) по ГОСТ 8.578-2014 Границы относительной погрешности при $P = 0,95 \pm (1 - 3) \%$

6.3	Азот газообразный особой чистоты 1-го или 2-го сорта по ГОСТ 9293 в баллоне под давлением
	Генератор нулевого воздуха ГНГ-01 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 26765-15)
	Ротаметр РМ-А-0,16 ГУЗ по ГОСТ 13045. Верхний предел измерений объемного расхода 0,16 м ³ /ч, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 2,5$ % от верхнего предела измерения
	Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160. Диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм.
	Эксикатор, пинцет
¹⁾ 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).	

2.2 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, ИМ-ЭМ – 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-0 необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с токсичными и ядовитыми веществами. Все работы с ИМ-0 необходимо проводить в вытяжном шкафу.

3.4 ИМ-0 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-0 сброс газовых смесей должен производиться через угольный фильтр, расположенный в вытяжном шкафу.

3.6 К проведению поверки ИМ-0 допускаются лица, ознакомленные с ГОСТ 8.578-2014, документацией на ИМ-0, 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-0 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 и сроков годности ИМ-ЭС;
- 4) выдержать баллоны с ГС в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, ИМ-ЭС и поверяемый ИМ-0 – 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-0.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие ИМ-0 следующим требованиям:

- 1) отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность и безопасность, загрязнений и изменений цвета и агрегатного состояния вещества ИМ-0;
- 2) надписи и маркировка на корпусе ИМ-0 должны быть четкими, комплектность должна соответствовать эксплуатационной документации.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если ИМ-0 соответствует перечисленным требованиям.

6.2 Проверка заполнения ИМ-0

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

Результаты проверки заполнения ИМ-0 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, установленным в термодиффузионном генераторе, с применением газоанализатора-компаратора, входящих в состав вторичного эталона.

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

6.3.2 Перед проведением измерений выдерживают поверяемый ИМ-0 и ИМ-ЭС в генераторе газовых смесей термодиффузионного типа (первый генератор) при номинальном значении температуры T_n , °С, указанной в паспорте соответствующего ИМ, не менее 2-х часов. Устанавливают расход азота (или воздуха) в линии термостата (100 ± 20) см³/мин.

Примечание: используют два генератора: один – для выхода ИМ на температурный режим, второй – для проведения измерений по 6.3.3).

6.3.3 Выполняют следующие операции при проведении измерений:

- 1) Помещают в генератор газовых смесей термодиффузионного типа ИМ-ЭС (второй генератор) и устанавливают требуемый режим работы генератора: температура термостата T_n , °С в соответствии с паспортом на ИМ-ЭС, расход ГС на выходе генератора (см³/мин).

Устанавливают значение расхода ГС (см³/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 дм³/мин и контролируют при помощи ротаметра.

- 2) Выдерживают ИМ-ЭС в данных условиях не менее 30 мин, затем подают ГС с вы-

хода генератора на газоанализатор-компаратор и регистрируют его показания.

3) Подачу ГС проводят не менее 5 раз (n).

4) Вынимают ИМ-ЭС из генератора.

5) Повторяют операции по перечислению 1) – 3) 6.3.3 для поверяемого ИМ-0.

6.4 Обработка результатов измерений

6.4.1. Рассчитывают средние значения показаний газоанализатора-компаратора при подаче газовых смесей от генератора, созданных с помощью поверяемого ИМ-0 \bar{A}^0 и ИМ-ЭС $\bar{A}^{\text{ЭС}}$ по формулам

$$\bar{A}^0 = \frac{\sum_{i=1}^n A_i^0}{n}, \quad (1)$$

$$\bar{A}^{\text{ЭС}} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i^{\text{ЭС}}}{n}, \quad (2)$$

где A_i^0 – i -ое показание газоанализатора-компаратора при подаче газовой смеси от генератора, созданной с помощью поверяемого ИМ-0, мг/м^3 (млн^{-1});

$A_i^{\text{ЭС}}$ – i -ое показание газоанализатора-компаратора при подаче газовой смеси от генератора, созданной с помощью ИМ-ЭС, мг/м^3 (млн^{-1}).

6.4.2 Рассчитывают относительное СКО среднего арифметического показаний газоанализатора-компаратора для поверяемого ИМ-0 (S^0 в %) и для ИМ-ЭС ($S^{\text{ЭС}}$ в %) по формулам

$$S^0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i^0 - \bar{A}^0)^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{A}^0}, \quad (3)$$

$$S^{\text{ЭС}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i^{\text{ЭС}} - \bar{A}^{\text{ЭС}})^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{A}^{\text{ЭС}}}, \quad (4)$$

Относительное СКО среднего арифметического показаний, не должно превышать:

при производительности ИМ-0 $< 1,0$ мкг/мин - 1,5 %,

при производительности ИМ-0 $\geq 1,0$ мкг/мин - 0,9 %.

Если данное условие не выполняется, повторяют измерения по п. 6.3.3.

6.4.3 Рассчитывают измеренное значение производительности поверяемого ИМ-0 $G_{\text{И}}$, мкг/мин , по формуле:

$$G_{\text{И}} = \frac{\bar{A}^0}{\bar{A}^{\text{ЭС}}} \cdot G^{\text{ЭС}}, \quad (5)$$

где $G^{\text{ЭС}}$ – аттестованное значение производительности ИМ-ЭС, указанное в паспорте, мкг/мин .

6.4.4 Значение относительной погрешности ИМ-0, δ , %, рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{G_{\text{н}} - G_{\text{у}}}{G_{\text{у}}} \cdot 100, \quad (6)$$

где G_n - значение производительности поверяемого ИМ-0, указанное в паспорте, мкг/мин.

6.4.5 Результаты определения погрешности ИМ-0 считают положительными, если полученное значение погрешности не превышает пределов допускаемой погрешности, указанных в ЭД поверяемого ИМ-0.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2 При положительных результатах поверки ИМ-0 признают годными к применению и оформляют свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.3 При отрицательных результатах поверки ИМ-0 не допускают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

7.4 Знак поверки наносится на свидетельство в виде наклейки.

Таблица А.1 – Метрологические характеристики ИМ-0

Химическое вещество	Производительность ¹⁾ (G_H) при температуре от +30 °С до +120 °С, мкг/мин	Доверительная относительная погрешность ²⁾ , δ_0 , % (при $P=0,95$), не более
SO ₂ , NO ₂ , NH ₃ , Cl ₂ , HCl	от 0,05 до 0,10 включ. св. 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 15,0	±3,5 ±2,5 ±2,0
H ₂ S	от 0,02 до 0,10 включ. от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 10,0	±3,5 ±2,5 ±2,0
Br ₂	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 4,0	±2,5 ±2,0
Hg	от 10 ⁻⁴ до 0,1	±3,5
1,2,4 триметилбензол (псевдокумол), бензонитрил, диизобутилметилфосфонат, динитрат пропиленгликоль, диметилметилфосфонат, несимметричный диметилгидразин (НДМГ), диэтилпропилфосфонат	от 0,1 до 1,0	± 2,5
Муравьиная кислота, 2,6 толуилендиизоцианат, 2,4 толуилендиизоцианат, трибутилфосфат, диизопропилметил фосфонат, акролеин	от 0,1 до 2,0	±2,5
Акролеин, 1,2 дихлорэтилен	от 0,5 до 2,0	±2,5
Пинаколиновый спирт, изоамиловый спирт, гидразин, гидразин-гидрат, формальдегид	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 3,0	±2,5 ±2,0
Моноэтаноламин, диметилсульфид, винилхлорид, стирол, диизоамиловый эфир, этилхлорформат, перфтортрибутиламин, метилметакрилат, тридекан, додекан, циклогексанол, винилацетат	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 5,0	±2,5 ±2,0
Вода, фурфуроловый спирт, этилгликоляцетат	от 1,0 до 5,0	±2,0

Химическое вещество	Производительность ¹⁾ (G_H) при температуре от +30 °С до +120 °С, мкг/мин	Доверительная относительная погрешность ²⁾ , δ_0 , % (при $P=0,95$), не более
HF, бутанол, метиленхлорид, изопропилбензол (кумол), циклогексанон, ацетальдегид, оксид этилена, хлорбензол, акрилонитрил, этилцеллозольв, метилтретбутиловый эфир, малеиновый ангидрид, хлористый бензил, 1,1,1 трихлорэтан, третичный бутилмеркаптан, диметилдисульфид, пропанол, изобутанол, диметилформамид	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 10,0	$\pm 2,5$ $\pm 2,0$
Тетрагидротиофен, этиленгликоль, метилбромид, пиридин, N,N – диметилацетамид, метилдиэтаноламин, ацетонитрил, ундекан, метилэтилкарбонат	от 1,0 до 10,0	$\pm 2,0$
Сероуглерод, изопропанол, пентан, нафталин, изопропилмеркаптан, бутилмеркаптан, декан, метилмеркаптан, хлористый этил, хлороформ, пропилмеркаптан, нонан, фенол, диметилкарбонат	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 15,0	$\pm 2,5$ $\pm 2,0$
Ацетон, метанол, тетрахлорметан, триметилсилан, гексаметилдисилазан, тетраэтилортосиликат, оксид пропилена, изопропанол, метилэтилкетон, сероокись углерода, тиофен, метилэтилсульфид	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 20,0	$\pm 2,5$ $\pm 2,0$
n-Пропилацетат, карбонат аммония	от 1,0 до 20,0	$\pm 2,0$
Диэтиловый эфир, этанол, бутилацетат, метанол, октан, уксусная кислота, диэтилкарбонат	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 20,0 св. 20 до 25,0	$\pm 2,5$ $\pm 2,0$ $\pm 1,5$
Бензол, о-ксилол, гексан, дихлорэтан, этилбензол, толуол, трихлорэтилен, тетрахлорэтилен, изопентан, четыреххлористый углерод, эпихлоргидрин, циклогексан, этилацетат, гептан, изопентан	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 20,0 св. 20 до 30,0	$\pm 2,5$ $\pm 2,0$ $\pm 1,5$
Этилмеркаптан, м-ксилол	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 20,0 св. 20 до 35,0	$\pm 2,5$ $\pm 2,0$ $\pm 1,5$
п-ксилол	от 0,1 до 1,0 включ. св. 1,0 до 20,0 св. 20 до 40	$\pm 2,5$ ± 2 $\pm 1,5$
Акриловая кислота	от 15,0 до 45,0	$\pm 1,5$

¹⁾ Конкретные значения производительности (G_H , мкг/мин) и номинальной температуры определяются при заказе и приводятся в паспорте на ИМ-0.

²⁾ относительная погрешность значений производительности, воспроизводимых ИМ-0.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

1 Наименование ИМ-0, 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-0 _____

10.3 Определение относительной погрешности

Значение производительности ИМ-0, приведенное в паспорте, G_n , мкг/мин	Измеренное значение производительности ИМ-0, 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 _____)