

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М. п. «05» июня 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Установка вакуумная потокомерная
масс-спектрометрическая эталонная УВПМЭ**


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 231-0118-2023

Руководитель НИО государственных
эталонов в области измерений давления


Р.А. Тетерук

Руководитель НИЛ
государственных эталонов
и научных исследований
в области измерений низкого
абсолютного давления вакуума


А.А. Чернышенко

г. Санкт-Петербург
2023 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки (далее - МП) распространяется на установку вакуумную потокомерную масс-спектрометрическую эталонную УВПМЭ, зав. № 01 (далее - установка) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки.

1.2 В состав установки входит вакуумметр комбинированный Мерадат-ВИТ12Т5 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений № 41616-09), прибор для измерения и регулирования температуры Термодат-11М6 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений № 17602-15) в комплекте с термометрами сопротивления ТС711А (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений № 41202-09).

Если очередной срок поверки средства измерений из состава установки наступает до очередного срока поверки установки, или появилась необходимость проведения периодической или внеочередной поверки средства измерений, то поверяют только это средство измерений, при этом внеочередную поверку установки не проводят.

1.3 МП обеспечивает прослеживаемость установки к Государственному первичному специальному эталону единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне $1 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^3$ Па (ГЭТ49-2016), Государственному первичному эталону единицы времени, частоты и национальной шкалы времени (ГЭТ1-2022), Государственному первичному эталону длины-метра (ГЭТ2-2021), Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) (ГЭТ3-2020), в соответствии со структурной схемой прослеживаемости, приведенной в Приложении А к настоящей МП.

1.4 Метод, обеспечивающий реализацию МП: метод прямых измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) МП
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
Проверка программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений:			10
- определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений потока газа в вакууме ¹	да	да	10.1
- определение диапазона воспроизведения и относительной погрешности воспроизведения потока газа в вакууме	да	да	10.2

Продолжение таблицы 2.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) МП
	первичной поверке	периодической поверке	
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
¹ Периодическую поверку допускается проводить на месте эксплуатации установки, при наличии технической возможности у организации, проводящей поверку.			

2.2 Если при проведении одной из операций поверки получен отрицательный результат, проведение дальнейшей поверки прекращается, результат оформляется в соответствии с разделом 12 МП.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении операций поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +17°C до +25°C;
- относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с эксплуатационной документацией установки и средств поверки.

4.2 Поверка проводится квалифицированным персоналом лаборатории, прошедшим инструктаж по технике безопасности.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки рекомендуются к применению средства поверки, указанные в таблице 5.1

Таблица 5.1 – Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	<p>Диапазон измерений температуры от плюс 17 °С до плюс 25 °С с пределами абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ °С;</p> <p>Диапазон измерений относительной влажности воздуха в диапазон от 30 % до 80 % с пределами абсолютной погрешности не более ± 2 %;</p> <p>Диапазон измерений атмосферного давления от 84 до 106,7 кПа с пределами абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ кПа</p>	Термогигрометр ИВА-6 модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11

Продолжение таблицы 5.1

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
р. 10 определение метрологических характеристик	Диапазон измерений единицы потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па·м ³ /с Диапазон воспроизведения единицы потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па·м ³ /с СКО результата измерений в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-9}$ Па·м ³ /с не более 0,1 – 0,015; в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1,0$ Па·м ³ /с не более 0,015.	Вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па·м ³ /с
Примечание – Допускается применение аналогичных средств поверки, не приведенных в перечне, с метрологическими и техническими характеристиками обеспечивающими передачу единицы величины поверяемому средству измерений с требуемой точностью.		

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При поверке должны быть соблюдены требования безопасности труда, производственной санитарии и охраны окружающей среды, изложенные в эксплуатационных документах средств поверки и поверяемой установки.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемой установки следующим требованиям:

- маркировка должна быть читаемой и содержать информацию о наименовании и условном обозначении установки, наименовании предприятия изготовителя, заводском номере установки;

- обозначения на органах управления должны быть читаемыми и соответствовать руководству по эксплуатации (далее – РЭ) на установку;

- механические повреждения и дефекты (например, трещины, сколы, вмятины), влияющие на правильность функционирования и метрологические характеристики установки, должны отсутствовать;

7.2 Установка считается выдержавшей внешний осмотр, если она соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Подготовить установку к работе в соответствии с указаниями в РЭ на установку.

8.2 Контроль условий поверки

8.2.1 При контроле условий поверки провести измерения климатических параметров окружающей среды с использованием средств поверки в соответствии с Таблицей 5.1.

8.2.2 Условия окружающей среды должны соответствовать п. 3.1 настоящей МП.

8.3 Анализ документации средств измерений из состава установки

8.3.1 Провести проверку наличия сведений о результатах поверки прибора для измерения и регулирования температуры многоканального Термодат-11М6 в комплекте с термометром

сопротивления ТС711А, вакуумметра комбинированного Мерадат-ВИТ12Т из состава установки в Федеральном информационном Фонде.

8.3.2 Анализ считается положительным, если Федеральный информационный Фонд по обеспечению единства измерений содержит сведения о положительных результатах поверки средств измерений из состава установки

8.4 Опробование

8.4.1 При проведении опробования выполнить следующие операции:

- подать электропитание на установку, для этого включите автоматический выключатель «ПИТАНИЕ» и нажмите кнопку «ПУСК» с надписью «СЕТЬ» на панели управления установки,

- включить жидкостные термостаты из состава установки и установить значение температуры равное сначала + 15 °С, затем + 30 °С;

8.4.2 Установка считается прошедшей опробование, если:

- при нажатии кнопки включения выключателя «ПИТАНИЕ» и нажатии кнопки «ПУСК» с надписью «СЕТЬ» загораются дисплеи компаратора «КОМПАРАТОР», электронного блока индикаторного вакуумметра «ВАКУУММЕТР Р1» и блока индикации температуры «ТЕМПЕРАТУРА»;

- при включении термостата на его дисплее постоянно отображается значение температуры рабочей жидкости, индикатор отображает работу нагревателя, заданные значения температуры, отображаемые на дисплее Термодат-11М6, устанавливаются в диапазоне (15 ± 0,2) °С и (30 ± 0,2) °С.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Проверка программного обеспечения состоит из определения идентификационного наименования и номера версии программного обеспечения (далее - ПО) установки.

9.2 Для получения сведений об идентификационном наименовании и номере версии ПО установки включить компаратор из состава установки, открыть меню «Сервис», раздел «Информация о течеискателе».

9.3 Установка считается прошедшей проверку программного обеспечения, если идентификационные данные ПО соответствуют Таблице 9.1.

Таблица 9.1 – Идентификационные данные ПО установки

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	v.CPU
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.7.18
Цифровой идентификатор ПО	–

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений потока газа в вакууме

10.1.1 Подготовить установку в соответствии с п. 8.1 МП. Установить в термостат установки меры потока из состава эталона (далее – эталонная мера потока) в диапазоне измерений потока газа в вакууме установки. Открыть клапаны установки с установленными мерами потока в соответствии с эксплуатационной документацией (далее – ЭД) на установку. Обеспечить работу установки, в течение не менее 1 часа.

10.1.2 Закрыть клапаны установки, кроме одного клапана с мерой потока со значением воспроизведения потока газа в вакууме не менее $5 \cdot 10^{-10}$ Па·м³/с.

10.1.3 Выполнить калибровку (настройку) компаратора в соответствии с его ЭД.

10.1.4 Открыть клапан установки с эталонной мерой потока со значением потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-11}$ до $7 \cdot 10^{-10}$ Па·м³/с. Провести измерения и зарегистрировать измеренное установкой значение потока газа в вакууме эталонной меры потока $Q_{изм}$. Закрыть клапан установки в соответствии с ЭД на установку.

10.1.5 Открыть клапан установки с эталонной мерой потока со значением потока газа в вакууме от $7 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-8}$ Па·м³/с. Провести измерения и зарегистрировать измеренное установкой значение потока газа в вакууме эталонной меры потока $Q_{изм}$. Закрыть клапан установки в соответствии с ЭД на установку.

10.1.6 Открыть клапан установки с эталонной мерой потока со значением потока газа в вакууме от $1 \cdot 10^{-8}$ до $5 \cdot 10^{-7}$ Па·м³/с. Провести измерения и зарегистрировать измеренное установкой значение потока газа в вакууме эталонной меры потока $Q_{изм}$. Закрыть клапан установки в соответствии с ЭД на установку.

10.1.7 Открыть клапан установки с эталонной мерой потока со значением потока газа в вакууме от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с. Провести измерения и зарегистрировать измеренное установкой значение потока газа в вакууме эталонной меры потока $Q_{изм}$. Закрыть клапан установки в соответствии с ЭД на установку.

10.1.8 Провести ещё две серии измерений в соответствии с пп. 10.1.2 – 10.1.7 МП.

10.2 Определение диапазона воспроизведения и относительной погрешности воспроизведения потока газа в вакууме

10.2.1 Присоединить меру потока из состава установки к измерительному блоку эталона. Термостабилизировать меру потока из состава установки при температуре $(27,0 \pm 0,5)$ °С.

10.2.2 Произвести откачку вакуумной системы эталона в соответствии ЭД на эталон.

10.2.3 Выполнить измерения и зарегистрировать значения воспроизводимого потока газа в вакууме меры потока из состава установки не менее пяти раз. Отсоединить эталонную меру потока из состава установки от эталона.

10.2.4 Повторить п.п. 10.2.1 – 10.2.4 для всех мер потока из состава установки.

11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Обработка результатов измерений

11.1.1 Значение относительной погрешности измерений потока газа в вакууме δ , определяемой по п.10.1, вычисляется для каждого измерения по формуле:

$$\delta = \frac{Q_{изм} - Q_{эт}}{Q_{эт}} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где $Q_{изм}$ – значение потока газа в вакууме эталонной меры потока, измеренное установкой, Па·м³/с

$Q_{эт}$ – действительное значение потока газа в вакууме эталонной меры потока, Па·м³/с

11.1.2 Результат определения относительной погрешности измерений потока газа в вакууме считается положительным, если значение относительной погрешности измерений потока газа в вакууме в каждом измеренном значении не превышает $\pm 10\%$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-11}$ до $7 \cdot 10^{-10}$ включ. Па·м³/с, $\pm 7\%$ в диапазоне св. $7 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с.

11.1.3 Значение относительной погрешности воспроизведения потока газа в вакууме, вычисляемое по п. 10.2, определяют в последовательности, приведенной ниже.

Определяют действительное значение воспроизводимого потока газа в вакууме для каждой меры из состава установки:

$$\bar{Q} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n Q_i, \quad (2)$$

где Q_i - измеренное значение потока газа в вакууме, Па·м³/с;

n – количество измерений, $n \geq 5$.

Вычисляют среднее квадратическое отклонение (далее - СКО):

$$S_0 = \frac{1}{\bar{Q}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Q_i - \bar{Q})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

Вычисляют СКО значения воспроизводимого потока газа в вакууме:

$$S_{\bar{x}_0} = \frac{S_0}{\sqrt{n}}, \quad (4)$$

Определяют доверительные границы ε_0 случайной погрешности воспроизводимого потока газа в вакууме по формуле:

$$\varepsilon_0 = t \cdot S_{\bar{x}_0}, \quad (5)$$

где t – коэффициент Стьюдента, находят по Приложению Д ГОСТ Р 8.736-2011 «ГСИ. Методы прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения».

Определяют доверительные границы неисключенной систематической погрешности (далее - НСП) по формуле:

$$\theta_0 = \pm \sum_{i=1}^m |\theta_{i0}|, \quad (6)$$

где θ_i – граница i -й НСП.

Вычисляют относительную погрешность воспроизведения потока газа в вакууме по формуле:

$$\delta = K S_{\Sigma 0} \cdot 100\%, \quad (7)$$

Суммарное СКО S_{Σ} оценки воспроизводимой величины вычисляют по формуле:

$$S_{\Sigma 0} = \sqrt{S_{\theta_0}^2 + S_{\bar{x}_0}^2}, \quad (8)$$

СКО НСП вычисляют по формуле:

$$S_{\theta_0} = \frac{\theta_0}{\sqrt{3}}, \quad (9)$$

Коэффициент K определяют по формуле:

$$K = \frac{\varepsilon_0 + \theta_0}{S_{\bar{x}_0} + S_{\theta_0}}, \quad (10)$$

11.1.4 Результат определения диапазона воспроизведения потока газа в вакууме считается положительным, если действительное значение воспроизводимого потока газа в вакууме мер потока из состава установки находится в диапазоне от $1 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с.

11.1.5 Результат определения относительной погрешности воспроизведения потока газа в вакууме считается положительным, если значение относительной погрешности

воспроизведения потока газа в вакууме для каждой меры потока из состава установки не превышает $\pm 10\%$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-10}$ до $7 \cdot 10^{-10}$ включ. $\text{Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$, $\pm 7\%$ в диапазоне св. $7 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-6}$ $\text{Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$.

11.2 Критерии соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.2.1 Критерием соответствия средства измерений метрологическим требованиям является соответствие требованиям разделов 8,9,10 и положительный результат проверки п. 11.1 настоящей методики. При соблюдении всех требований результат поверки считают положительным, установка допускается к применению для измерений потока газа в вакууме.

11.3 Критерии подтверждения соответствия средства измерений обязательным метрологическим требованиям, предъявляемым к эталону

11.3.1 При соблюдении требований разделов 8, 9, 10 и положительном результате п.11.1 настоящей методики, пределы допускаемой относительной погрешности поверяемой установки не должны превышать значений, установленных в описании типа, и установка будет соответствовать обязательным требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам, установленным Локальной поверочной схемой для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне 10^{-13} – 1 $\text{Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (49-0032-2020), утвержденной ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 06.04.2020 г. Результаты поверки считаются положительными.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки подтверждаются сведениями о результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

12.2 При положительных результатах поверки, в соответствии с заявлением владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений, оформляется свидетельство о поверке, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя с расшифровкой подписи (фамилия, инициалы), наносится знак поверки и указывается дата поверки.

12.3 При отрицательных результатах поверки, в соответствии с заявлением владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений, оформляется извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.4 Результат измерений заносят в протокол произвольной формы.

Структурная схема прослеживаемости к ГЭТ 49-2016
установки вакуумной потокомерной масс-спектрометрической эталонной УВПМЭ

