

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

_____ Ханов Н.И.

«19» сентября 2014 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Установка газодинамическая ГДУ-6434 - рабочий эталон 2-го разряда

Методика поверки
МП-242-1804-2014

н.р. 60318-15

Руководитель научно-исследовательского
отдела Государственных эталонов в области
физико-химических измерений ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ Л.А. Конопелько
" " _____ 2014 г.

Научный сотрудник ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

_____ Н.Б. Шор
" " _____ 2014 г.

Санкт-Петербург
2014

Настоящая методика распространяется на установку газодинамическую ГДУ-6434 - рабочего эталона 2-го разряда (далее установка) и устанавливает методику её 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 – на установку газодинамическую ГДУ-6434.

Интервал между поверками один 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 ПГС в течение 6 часов непрерывной работы	6.3.1	Да	Да
3.2 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры термостата в течение 6 часов непрерывной работы	6.3.2	Да	Да
3.3 Определение абсолютной погрешности поддержания относительной влажности ПГС на выходе установки в течение 6 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.
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.

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки. Требования к средству поверки. Основные метрологические или технические характеристики.
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.
6	Редуктор АР-10 по ТУ 26-05-196-74
6	Секундомер СОПр-26-3-211 по ГОСТ 5072-79, кл. точности 3.
6	Часы 60ЧП по ТУ 25-07-1042-83
6.3	Газ-разбавитель: поверочный нулевой газ –воздух по ТУ 6-21-5-82 или азот газообразный по ГОСТ 9293-74
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) дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности ± 1 %
6.3.2.	Платиновый преобразователь сопротивления в комплекте с универсальным цифровым вольтметром В7-34А
6.3.3	Гигрометр Rotronic модификации HygroPalm, номер Госреестра 26379-10, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %, абсолютная погрешность не более ± 1 %
6.3.4	Комплекс, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011
6.3.4	Эталон сравнения — источник микропотока (ИМ) паров несимметричного диметилгидразина (НДМГ) Хд 2.706.140-ЭТ113 по ГОСТ 8.578-2008
6.3.4	Средства измерений, указанные в МИ массовой концентрации хлорвинилдихлорарсина (МВИ-13-97), трихлорэтиламина (МВИ-14-97), нитроглицерин (МВИ-1-94), триэтиламин (МВИ-20-2007), аттестованные ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

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.

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

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха, °С 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 поверяемую установку, в помещении, в котором проводят поверку в течение 2 ч.

5.2 Подготовить поверяемую установку к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации РЮАЖ.441372.0334 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 эталонный комплекс, входящий в состав ГПЭ ГЭТ 154-2011, в соответствии с 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 термодиффузионного генератора ТДГ-01, газоанализатора-компаратора, входящего в состав эталонного комплекса, а также подготовка и подключение баллона с газом-разбавителем.

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

5.6.3 Определение случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение - СКО) газоанализатора-компаратора.

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 РС-1 в соответствии с его руководством по эксплуатации.

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.

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

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования

При проверке общего функционирования установки проверяют выполнение всех задаваемых команд в соответствии с РЭ.

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительной погрешности поддержания объемного расхода ПГС.

6.3.1.1 Определение погрешности поддержания расхода ПГС проводят для расхода, соответствующего (20 – 30) % от верхнего предела проверяемого диапазона расхода установки (таблица А.2 Приложения А).

Примечание: Расход газа, задаваемый на установке в диапазоне, приведенном в таблице А.2, измеряется с помощью счетчика газа, входящего в состав установки.

Измерения выполняют в следующей последовательности:

а) подают на вход линии газа-разбавителя и линии исходного газа азот или очищенный воздух;

б) к выходному штуцеру установки подсоединяют расходомер-счетчик газа, проводят измерение расхода не менее 2-х раз и рассчитывают среднее арифметическое значение расхода (Q_n - дм³/мин);

в) повторяют измерения каждый час в течение 6 часов непрерывной работы установки.

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 6 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим, дм³/мин;

Q_n - первоначальное измеренное значение расхода, дм³/мин.

Относительная погрешность поддержания расхода газа в течение 6 ч непрерывной работы не должна превышать значений, приведенных в таблице А.2 Приложения А.

6.3.2. Определение абсолютной погрешности поддержания температуры термостата.

6.3.2.1 Определение погрешности поддержания температуры термостата проводят для температуры, соответствующей нижнему значению диапазона измерений установки (таблица А.2 Приложения А).

Примечание: Температура термостата для установки в диапазоне, приведенном в таблице А.2, задается контактным термометром и измеряется с помощью термометра ТЛ-4, входящего в состав установки.

Измерения выполняют в следующей последовательности:

а) вставляют в термостат вместо термометра ТЛ-4 (на выходе газовой смеси) платиновый преобразователь сопротивления, соединенный с цифровым вольтметром В7-34А, закрывают термостат и включают его в соответствии с РЭ на установку;

б) после стабилизации температуры, регистрируют показания индикатора вольтметра (по шкале сопротивления);

в) определяют температуру по градуировочной характеристике, приведенной в свидетельстве на платиновый преобразователь сопротивления в комплекте с универсальным цифровым вольтметром В7-34А (средние арифметические значения из 3-х измерений T_u °С).

г) повторяют измерения каждый час в течение 6 часов непрерывной работы установки.

6.3.2.2. Рассчитывают абсолютную погрешность поддержания температуры в термостате, Δ_n , °С, 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 6 ч непрерывной работы после выхода на рабочий режим, °С;

T_n - первоначальное измеренное значение температуры, °С.

Абсолютная погрешность поддержания температуры в течение 6 ч непрерывной работы установки не должна превышать значений, приведенных в таблице А.2 Приложения А.

6.3.3. Определение погрешности поддержания относительной влажности ПГС на выходе установки в течение 6 часов непрерывной работы

Примечание: Влажность ПГС установки в диапазоне, приведенном в таблице А.2 Приложения А, задается в соответствии с РЮАЖ.441372.034 РЭ и измеряется с помощью гигрометра «Волна-5», входящего в состав установки.

6.3.3.1. Определение погрешности поддержания относительной влажности проводится для влажности, соответствующей нижнему значению диапазона измерений установки (см. таблицу А.2 Приложения А), выполняют в следующей последовательности:

а) создают при помощи задания соответствующих расходов сухого и влажного воздуха, подаваемых в смеситель, необходимую влажность ПГС на выходе установки (в соответствии с РЭ на установку);

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

в) повторяют измерения каждый час в течение 6 часов непрерывной работы установок.

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

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

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 измеренное значение относительной влажности, %.

Относительная погрешность поддержания относительной влажности в течение 6 ч непрерывной работы установки не должна превышать значений, приведенных в таблице А.2 Приложения А.

6.3.4 Определение относительной погрешности

Определение относительной погрешности установки проводят методом компарирования с использованием эталонного комплекса 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.

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

Определение проводят для ГС гептила (несимметричного диметилгидразина (НДМГ)).

6.3.4.1 Последовательно задают в соответствии с руководством по эксплуатации на установку ГС с концентрациями, соответствующими (20 - 90) % диапазона измерений газоанализатора-компаратора, входящего в состав эталонного комплекса. Число концентраций – не менее 3-х.

Полученную на установке аттестуемую ГС подают на вход газоанализатора-компаратора.

Примечание: Допускается проведение измерений на площадке расположения поверяемой установки с использованием газоанализатора-компаратора с градуировкой, проведенной на эталонном комплексе.

В качестве аттестованной ГС используют ГС, получаемую при помощи термодиффузионного генератора ТДГ-01 в комплекте с эталоном сравнения — источником микропотока (ИМ) паров несимметричного диметилгидразина (НДМГ) Хд 2.706.140-ЭТ113 по ГОСТ 8.578-2008.

6.3.4.2 Выполняют измерения в соответствии с методикой измерения Хд 1.456.446 МИ на эталонный комплекс.

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

6.3.4.3 Рассчитывают массовую концентрацию гептила (несимметричного диметилгидразина (НДМГ)) в каждой ГС на выходе поверяемой установки в соответствии с МИ на эталонный комплекс.

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

$$\delta = \frac{C_3 - C_\delta}{C_\delta} \cdot 100 \quad (6.4)$$

где

C_3 - значение массовой концентрации гептила (несимметричного диметилгидразина (НДМГ)) в ПГС, полученное при помощи установки, мг/м³.

C_δ - действительное значение массовой концентрации компонента в ПГС, измеренное при помощи эталонного комплекса, мг/м³.

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

7 Оформление результатов поверки

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

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А.

Диапазон воспроизведения массовой концентраций, перечень веществ и пределы допускаемой относительной погрешности установки.

Таблица А.1.

Вещество	Диапазон воспроизведения массовой концентраций, мг/м ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
Хлорвинилдихлорарсин	2 - 1500	± 15
Трихлорэтиламин	1 - 250	± 15
Нитроглицерин	0,05 - 1,8	± 15
Триэтиламин	20 - 100	± 10
Гептил (НДМГ)	0,01 - 10	± 10

Таблица А.2.

Диапазон температуры в термостате, °С	Пределы допускаемой абсолютной погрешности поддержания температуры*, °С	Диапазон относительной влажности ПГС, %	Пределы допускаемой относительной погрешности поддержания относительной влажности*, %	Диапазон объемного расхода, дм ³ /мин	Пределы допускаемой относительной погрешности поддержания расхода*, %
15 - 35	± 0,3	20 - 95	± 10	1 - 15	± 2,0

Примечание: *в течение 6 ч непрерывной работы.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Форма протокола поверки

Наименование СИ: Установка газодинамическая ГДУ-6434 - рабочий эталон 2 - го разряда.

Заводской номер: 91-78.

Принадлежит: ЗАО НПФ «СЕРВЭК», Санкт-Петербург.

Дата поверки _____

Поверено в соответствии с документом МП-242-1804-2014 «Установка газодинамическая ГДУ-6434 - рабочий эталон 2 - го разряда. Методика поверки»

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____

атмосферное давление _____

относительная влажность воздуха _____

Средства поверки: _____

Результаты поверки

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования

2.1 Результаты проверки общего функционирования _____

3 Определение метрологических характеристик

Определяемые метрологические характеристики	Пределы допускаемой погрешности	Значения погрешности, полученные при поверке
1 Определение относительной погрешности поддержания объемного расхода ПГС в течение 6 часов непрерывной работы	$\pm 2,0 \%$	
2 Определение абсолютной погрешности поддержания температуры термостата в течение 6 часов непрерывной работы	$\pm 0,3 \text{ }^\circ\text{C}$	
3 Определение абсолютной погрешности поддержания относительной влажности ПГС на выходе установки в течение 6 часов непрерывной работы	$\pm 10 \%$	
4 Определение относительной погрешности установки по гептилу	$\pm 10 \%$	

Заключение _____

Поверитель _____