

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Н.И.Ханов

2010 г.



РАБОЧИЕ ЭТАЛОНЫ 1-ГО РАЗРЯДА -
ГЕНЕРАТОРЫ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ГГС
модификации ГГС-Р, ГГС-Т, ГГС-К

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП - 242 -1006- 2010

Руководитель отдела ГЦИ СИ

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

A handwritten signature in blue ink, likely belonging to L.A. Konopelko, is written over a horizontal line.

Настоящая методика поверки распространяется на рабочие эталоны 1-го разряда - генераторы газовых смесей ГГС модификации ГГС-Р, ГГС-Т и ГГС-К (далее – рабочие эталоны) предназначенных для приготовления бинарных газовых смесей методом динамического разбавления исходных ГС (мод ГГС-Р и ГГС-К) и путем смешения потоков газов, один из которых (целевой газ) задается источником микропотока (ИМ) (мод ГГС-Т и ГГС-К).

Межповерочный интервал – 1 год.

1 Операции поверки

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

1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта инструкции по поверке	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2. Опробование	6.2	Да	Да
2.1 Проверка электрического сопротивления изоляции	6.2.1	Да	Да
2.2 Проверка электрической прочности изоляции	6.2.2	Да	Нет
2.3 Прогрев и проверка общего функционирования	6.2.3	Да	Да
2.4 Проверка герметичности	6.2.4	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик:	6.3		
3.1 Определение относительной погрешности измерения расхода по каналам	6.3.1	Да	Да
3.2 Проверка диапазона задания и определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате (для мод ГГС-Т и ГГС-К)	6.3.2	Да	Да
3.3 Определение относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли (для мод ГГС-Р и ГГС-К) и молярной концентрации компонента (для мод ГГС-Т и ГГС-К) в смеси на выходе рабочего эталона с помощью эталонных комплексов аппаратуры входящих в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-01	6.3.3, 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. При проведении поверки должны быть выполнены операции и применены средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 2.

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.2.1	Мегомметр М 4100/3 с рабочим напряжением 500 В, кл. 2, 5.
6.2.2	Установка УПУ-1М, УЗ. 771. 001 ТУ
6.3	Измеритель расхода газа Cal=Trak SL-800, диапазон измерений от 2см ³ /мин до 50 дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерений ±0,2%.
6.2.4, 6.3	Гелий газообразный высокой частоты по (ТУ 0271-135-31323949-2005)
6.2.4, 6.3	Редуктор АР-10, ТУ 26-05-196-74
6.3.2	Термометр сопротивления платиновый низкотемпературный ТСПН-4М, диапазон температур (-100 ... +100) °С, погрешность 0,01 К Преобразователь сигналов ТС и ТП прецизионный «ТЕРКОН»
6.3.1, 6.3.3б 6.3.4	Термометр лабораторный по ГОСТ 28498-90, диапазон температур от 0 до 55 С, цена деления 0,1 °С; Психрометр аспирационный М34 ТУ 25-1607.054-85, диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от – 10 до 30 °С; Барометр-анероид метрологический БАММ Л82.832.001ТУ. Диапазон измерения 600-800 мм рт. ст., погрешность основная ±1,5 мм рт. ст., дополнительная ±3,75 мм рт. ст. Эталонные комплексы аппаратуры для передачи размера единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах, входящие в состав Государственного первичного эталона ГЭТ 154-2001 Газовые смеси - эталоны сравнения по ГОСТ 8.578-2008 (перечень газовых смесей представлен в приложении Б) Источники микропотока – эталоны сравнения по ГОСТ 8.578-2008 (перечень ИМ представлен в приложении В)

	<p>Газовые смеси – рабочие эталоны 0, 1 и 2-го разрядов, входящие в комплект рабочего эталона (только для мод ГГС-Р и ГГС-К)</p> <p>Источники микропотока – рабочие эталоны 1-го разряда, входящие в комплект рабочего эталона (только для мод ГГС-Т и ГГС-К)</p>
--	---

Примечание: Допускается использовать средства поверки других типов, метрологические характеристики которых не хуже указанных.

2.3. Средства поверки, приведенные в п.2.1, должны иметь действующие свидетельства о поверки.

3. Требования безопасности

3.1. Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2. При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться “Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением”, утвержденные Госгортехнадзором.

3.3. При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности, приведенные в п.п. 2.1.2 руководства по эксплуатации на рабочий эталон ШДЕК.418313.009 РЭ.

4 Условия поверки

4.1. При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

температура воздуха в помещении (293 ± 5) К;

атмосферное давление от 90,6 до 104,8 кПа;

изменение температуры помещения за время поверки не должно превышать 2 К;

относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

5 Подготовка к поверке

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1. Рабочий эталон должен быть подготовлен к работе в соответствии с руководством по эксплуатации ШДЕК. 418313.009 РЭ.

2. Измеритель расхода газа Cal=Trak SL-800, должен быть подготовлен к работе в соответствии с НТД на него.

3. Баллоны с газами должны быть выдержаны при температуре помещения, где проводится поверка, (293 ± 5) К:

- баллон вместимостью 40 л – 16 ч;

- баллон меньшей вместимости – 8 ч;

4. Должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

5. Газоанализаторы и генераторы, входящие в эталонные комплексы Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451, должны быть подготовлены к работе в соответствии с нормативной документацией на них.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности рабочего эталона требованиям НТД;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность прибора;
- четкость всех надписей на лицевой панели прибора;
- исправность органов управления, настройки (кнопки, переключатели, тумблеры).

Рабочий эталон считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

6.2.1. Проверка сопротивления изоляции.

Проверку сопротивления изоляции рабочего эталона между закороченной сетевой вилкой и контактом заземления проводить в нормальных условиях при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 80% мегомметром рабочим напряжением 500 В.

Через одну минуту после приложения измерительного напряжения зафиксировать по шкале мегомметра величину сопротивления изоляции.

Рабочий эталон считается выдержавшим испытание, если сопротивление изоляции не менее 40 МОм.

6.2.2 Проверка электрической прочности изоляции.

Проверку электрической прочности изоляции проводить на пробойной установке УПУ-1М при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 80 %.

Испытательное напряжение частотой 50 Гц прикладывается между закороченной сетевой вилкой и контактом заземления. Испытательное напряжение повышается плавно, начиная с нуля до 1500 В со скоростью, допускающей возможность отсчета показаний вольтметра, но не менее 100 В/с. Изоляцию выдерживают под воздействием испытательного напряжения в течение 1 мин. Затем напряжение снижается до нуля.

Рабочий эталон считается выдержавшим испытание на электрическую прочность, если за время испытаний отсутствовали пробой или поверхностный разряд.

6.2.3 Прогрев и проверка общего функционирования

При проверке общего функционирования включить рабочий эталон, прогреть в течение 60 мин. Произвести фиксацию нуля по всем каналам. На индикаторах расхода всех каналов должны высветиться значения близкие к “0”.

6.2.4 Проверка герметичности

Проверка герметичности газовой системы рабочего эталона проводится следующим образом:

1) Для мод ГГС-Р:

- включить рабочий эталон;
- прогреть рабочий эталон в течение 30 мин;
- выбрать ручной режим работы;
- произвести фиксацию нулевых показаний по всем каналам нажатием кнопок «КАНАЛ 1», «КАНАЛ 2», «КАНАЛ 3»;

- подсоединить редуктор к баллону с азотом (воздухом, гелием), а выход редуктора - к входу канала 3 рабочего эталона, остальные входы и выходы рабочего эталона закрыть заглушками;

- редуктором установить входное давление $(2,0 \pm 0,5)$ кгс/см²;
- задать максимально возможный расход по всем каналам;
- включить

Рабочий эталон 1-го разряда – генератор газовых смесей ГГС-Р считается выдержавшим испытание, если через 20 мин показания индикатора по каналу 3 не превышают 1,0 см³/мин.

2) Для мод ГГС-Т:

- подсоединить редуктор к баллону с азотом (воздухом, инертным газом), а выход редуктора – к выходному штуцеру «ВЫХОД» рабочего эталона; через тройник подсоединить к выходу рабочего эталона образцовый манометр с пределом измерения 0,25 МПа (2,5 кгс/см²);

- закрыть заглушкой вход рабочего эталона;

- установить с помощью редуктора давление в газовой системе рабочего эталона $(0,15 \pm 0,01)$ МПа $(1,5 \pm 0,1)$ кгс/см², герметично перекрыть линию подачи газа от редуктора к рабочему эталону. Зафиксировать показания образцового манометра. Через 10 мин. повторно зафиксировать показания манометра.

Рабочий эталон 1-го разряда – генератор газовых смесей ГГС-Т считается выдержавшим испытание, если спад давления превышает 0,01 МПа (0,1 кгс/см²).

3) Для мод ГГС-К:

- включить рабочий эталон
- прогреть рабочий эталон в течение 30 мин
- выбрать «Режим работы разбавление»

- проверить герметичность так же как для мод ГГС-Р
- вернуться в меню выбора режима и выбрать «Режим работы термодиффузионный»
- проверить герметичность так же как для мод ГГС-Т

Рабочий эталон 1-го разряда – генератор газовых смесей ГГС мод ГГС-К считается выдержавшим проверку, если в режиме разбавления через 20 мин показания индикатора по каналу 3 не превышают $1,0 \text{ см}^3/\text{мин}$, а в термодиффузионном режиме спад давления не превышает $0,01 \text{ МПа}$ ($0,1 \text{ кгс}/\text{см}^2$)

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительной погрешности измерения расхода по каналам (для мод ГГС-Р, ГГС-Т и ГГС-К.)

Оценивается разность показаний регуляторов расхода и измерителя расхода газа Cal=Trak SL-800 по каждому из каналов. Газ, по которому откалиброван каждый канал рабочего эталона, указан в паспорте на рабочий эталон.

Исследования проводятся следующим образом:

- 1) Подсоединить редуктор к баллону с газом;
- 2) Подать питание в рабочий эталон, прогреть прибор в течение 60 мин.
- 3) Зафиксировать ноль по всем каналам.
- 4) Подключить выход редуктора к входу исследуемого регулятора (канала), остальные входы заглушить.
- 5) К выходу рабочего эталона подключить измеритель расхода газа Cal=Trak SL-800;
- 6) Редуктором установить давление на входе рабочего эталона $(0,2 \pm 0,05) \text{ МПа}$;
- 7) Установить следующие значения расхода через исследуемый регулятор: 10,20,30,40,50,60,70,80,90,100 % (в % от верхнего предела регулирования данного регулятора) и зафиксировать показания измерителя расхода газа Cal=Trak SL-800, соответствующие этим расходам. Повторить операцию при уменьшении расхода от 100 % до 0. Число измерений в каждой точке – 3. Результаты записать в таблицу 3.

Таблица 3

Канал № . . . ; Расход -

Показания ГГС, Q_r , $\text{см}^3/\text{мин}$	Показания измерителя расхода газа Cal=Trak SL-800, Q_c , $\text{см}^3/\text{мин}$			$\frac{Q_r - Q_c}{Q_c}$, %
	при увеличении	при уменьшении	среднее	

Разница показаний регулятора и Cal=Trak SL-800 не должна превышать следующие величины:

0,013 Q_г для расходов меньше 0,2Q_{г max}

0,010 Q_г для расходов более 0,2Q_{г max} (где Q_{г max} – верхний предел измерения расхода газа по данному каналу).

6.3.2 Проверка диапазона задания и определение абсолютной погрешности поддержания температуры в термостате (только для мод ГГС-Т и ГГС-К).

1) При первичной поверке:

Проверка диапазона температур в термостате и определение предела абсолютной погрешности измерения температуры проводится с помощью образцового платинового термометра сопротивления ТСПН-4М, подключенного к преобразователю сигналов ТС и ТП прецизионного «ТЕРКОН», в следующей последовательности:

а) установить термометр сопротивления на подставку для источников микропотоков и поместить в термостатируемую камеру рабочего эталона, закрыть камеру пробкой;

б) установить расход газа через термостат 150 см³/мин (см. РЭ на ГГС-Т и ГГС-К)

в) установить температуру термостата 30 °С;

г) контролировать ход нагрева по показаниям на дисплее и через 90 мин после окончания переходного процесса зафиксировать показания термометра T_т и рабочего эталона T_р и определить абсолютную погрешность измерения температуры по формуле:

$$\Delta(t)_1 = T_t - T_r, \text{ } ^\circ\text{C}; \quad (4.1)$$

д) Повторить операции в) и г) для температур 40 °С, 50 °С, 60 °С, 70 °С, 80 °С, 90 °С, 100 °С, 110 °С, 120 °С, определив абсолютные погрешности $\Delta(t)_2 - \Delta(t)_{10}$;

Рабочие эталоны считаются выдержавшими проверку, если наибольшее значение абсолютной погрешности $\Delta(t)_1 - \Delta(t)_4$ не превышает $\pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$, $\Delta(t)_4 - \Delta(t)_{10}$ не превышает $\pm 0,2 \text{ } ^\circ\text{C}$.

2) При периодической поверке:

Проверка диапазона температур в термостате и определение предела абсолютной погрешности измерения температуры проводится с помощью образцового платинового термометра сопротивления ТСПН-4М, подключенного к преобразователю сигналов ТС и ТП прецизионного «ТЕРКОН», в следующей последовательности:

а) установить термометр сопротивления на подставку для источников микропотоков и поместить в термостатируемую камеру рабочего эталона, закрыть камеру пробкой;

б) установить расход газа через термостат 150 см³/мин (см. РЭ на ГГС-Т и ГГС-К)

в) установить температуру термостата 30 °С;

г) контролировать ход нагрева по показаниям на дисплее и через 20 мин после окончания переходного процесса зафиксировать показания термометра T_T и рабочего эталона T_r и определить абсолютную погрешность измерения температуры по формуле:

$$\Delta(t)_1 = T_T - T_r, ^\circ\text{C}; \quad (4.1)$$

д) установить температуру термостата $70\text{ }^\circ\text{C}$ и повторить операции п.п. в) и г), определив погрешность $\Delta(t)_2$;

е) установить температуру термостата $120\text{ }^\circ\text{C}$ и повторить выполнение п.п. в) и г), определив погрешность $\Delta(t)_3$.

Рабочие эталоны считаются выдержавшими проверку, если наибольшее значение абсолютной погрешности $\Delta(t)_1$ не превышает $\pm 0,1\text{ }^\circ\text{C}$, $\Delta(t)_2$ и $\Delta(t)_3$ не превышает $\pm 0,2\text{ }^\circ\text{C}$.

6.3.3 Определение относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли компонента в смеси на выходе рабочего эталона (для мод ГГС-Р и ГГС-К (в режиме разбавления)) с помощью эталонных комплексов аппаратуры, входящих в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-01

Определение относительной погрешности рабочего эталона (погрешности заданного значения объемной (молярной) доли компонента) проводится методом компарирования ГС, полученных при помощи генераторов, входящих в состав эталонных комплексов, и рабочих эталонов мод ГГС-Р и ГГС-К (в режиме разбавления).

Рабочие эталоны эталонных комплексов применяются в комплекте с газовыми смесями (ГС) - эталонами сравнения по ГОСТ 8.578-2008 (перечень ГС приведен в приложении Б).

Компаратором служат газоанализаторы, входящие в состав эталонных комплексов Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451.

К рабочему эталону последовательно подключают ГС в баллонах под давлением - ГСО – рабочие эталоны 0-го, 1-го и 2-го разрядов по ТУ 6.16.2956-92, входящие в комплект рабочего эталона.

Определение погрешности рабочего эталона проводится по всем целевым компонентам, указанным в паспорте на рабочий эталон.

В качестве газа-разбавителя для рабочего эталона и генераторов эталонных установок необходимо использовать азот особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9294-74, азот высокой чистоты по ТУ 6-21-39-79.

Определение погрешности проводится следующим образом:

1) Выбрать целевой компонент в соответствии паспортом на рабочий эталон;

2) Подключить к рабочему эталону баллон с исходным газом и газом разбавителем согласно РЭ. С помощью руководства по эксплуатации рассчитать и задать режим работы рабочего эталона;

3) После выхода рабочего эталона на режим, полученную смесь X_{CM} , подать на один из газоанализаторов, входящих в эталонные комплексы Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451 (газоанализатор выбирается в зависимости от целевого компонента);

4) Выполнить измерения газоанализатором в соответствии с руководством по эксплуатации на эталонные комплексы Хд 1.456.445 РЭ, Хд 1.456.447 РЭ, Хд 1.456.448 РЭ, Хд 1.456.449 РЭ, Хд 1.456.451 РЭ (раздел 2.4), зафиксировать показания газоанализатора P_{Gi} ;

5) Вычислить среднее показание газоанализатора \bar{P}_G , по формуле (1):

$$\bar{P}_G = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{Gi} \quad (1)$$

n – число замеров (n=5)

6) Подсоединить баллон с исходной газовой смесью эталоном сравнения и баллон с газом-разбавителем к эталонному генератору (входящему в эталонные комплексы Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451). С помощью руководства по эксплуатации рассчитать и задать режим работы эталонного генератора. Подать смесь на газоанализатор;

7) Выполнить измерения на газоанализаторе в соответствии с руководством по эксплуатации на эталонные комплексы Хд 1.456.445 РЭ, Хд 1.456.447 РЭ, Хд 1.456.448 РЭ, Хд 1.456.449 РЭ, Хд 1.456.451 РЭ (раздел 2.4), зафиксировать показания газоанализатора P_{Gi} ;

8) Вычислить среднее показание газоанализатора \bar{P}_G , по формуле (2):

$$\bar{P}_G = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{Gi} \quad (2)$$

n – число замеров (n=5).

9) Рассчитать действительное значение объемной (молярной) доли целевого компонента на выходе рабочего эталона $X_{пр}$, % по формуле (3):

$$X_{пр} = X_{э} \cdot \frac{\bar{P}_G}{\bar{P}_э} \quad (3)$$

Где $X_{\text{э}}$ - заданное значение объемной (молярной) доли целевого компонента в приготавливаемой газовой смеси на эталонном генераторе, %;

10) Повторить п.п. 1) – 9) для всех целевых компонентов, приведенных в паспорте на рабочий эталон;

Результаты определения относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли компонента считаются положительными, если удовлетворяется следующее уравнение (4):

$$\frac{X_{\text{ПГ}_{\text{расч}}} - X_{\text{ПГ}}}{X_{\text{ПГ}}} \cdot 100 \leq \delta X_{\text{см}} \quad (4)$$

где $X_{\text{ПГ}_{\text{расч}}}$ - значение объемной (молярной) доли компонента на выходе рабочего эталона, рассчитанное на основании значений расходов исходного газа и газа-разбавителя и отображаемое на дисплее рабочего эталона, %;

$\delta X_{\text{см}}$ - относительная погрешность заданного значения объемной (молярной доли) целевого компонента в смеси на выходе рабочего эталона (см. таблицу 1 в РЭ на рабочий эталон), %.

6.3.4 Определение относительной погрешности заданного значения массовой концентрации целевого компонента в смеси на выходе рабочего эталона мод ГГС-Т и ГГС-К с помощью эталонных комплексов аппаратуры, входящих в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-01

Определение относительной погрешности заданного значения массовой концентрации целевого компонента проводится методом компарирования ГС, полученных при помощи генераторов эталонных установок и рабочего эталона мод. ГГС-Т и ГГС-К.

Генераторы эталонных установок применяются в комплекте с источниками микропотоков ИМ газов и паров - эталон сравнения ГОСТ 8.578-2008 (перечень ИМ приведен в приложении В).

В качестве компаратора служат газоанализаторы, входящие в состав эталонных установок комплексы Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451.

В рабочий эталон 1-го разряда – генератор газовых смесей ГГС мод ГГС-Т, ГГС-К последовательно устанавливаются ИМ – рабочие эталоны 1-го разряда, входящие в комплект рабочего эталона.

Определение погрешности рабочего эталона проводится по исходным целевым компонентам, указанным в паспорте на рабочий эталон.

В качестве газа-разбавителя для рабочего эталона и генератора эталонных комплексов необходимо использовать азот особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9294-74, азот высокой чистоты по ТУ 6-21-39-79.

Определение погрешности проводится следующим образом:

- 1) Выбрать целевой компонент из списка в паспорте на рабочий эталон;
- 2) Подключить к рабочему эталону баллон с газом разбавителем согласно РЭ.

Установить в термостат рабочего эталона источник микропотока. С помощью руководства по эксплуатации рассчитать и задать режим работы рабочего эталона;

3) После выхода рабочего эталона на режим, полученную смесь подать на один из газоанализаторов, входящих в эталонные комплексы Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451 (газоанализатор выбирается в зависимости от целевого компонента);

4) Выполнить измерения на газоанализаторе в соответствии с руководством по эксплуатации на эталонные комплексы Хд 1.456.445 РЭ, Хд 1.456.447 РЭ, Хд 1.456.448 РЭ, Хд 1.456.449 РЭ, Хд 1.456.451 РЭ (раздел 2.4), зафиксировать показания газоанализатора $P_{Гi}$;

5) Вычислить среднее показание газоанализатора $\bar{P}_Г$, по формуле (5):

$$\bar{P}_Г = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{Гi} \quad (5)$$

n – число замеров (n=5)

6) Подсоединить баллон с газом-разбавителем к эталонному генератору (входящему в эталонные комплексы Хд 1.456.445, Хд 1.456.447, Хд 1.456.448, Хд 1.456.449, Хд 1.456.451). Установить в термостат источник микропотока (ИМ). С помощью руководства по эксплуатации рассчитать и задать режим работы эталонного генератора. Дождаться выхода генератора на режим. Подать смесь на газоанализатор;

7) Выполнить измерения на газоанализаторе в соответствии с руководством по эксплуатации на эталонные комплексы Хд 1.456.445 РЭ, Хд 1.456.447 РЭ, Хд 1.456.448 РЭ, Хд 1.456.449 РЭ, Хд 1.456.451 РЭ (раздел 2.4) зафиксировать показания газоанализатора $P_{Эi}$;

8) Вычислить среднее показание газоанализатора $\bar{P}_Э$ по формуле (6):

$$\bar{P}_Э = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{Эi} \quad (6)$$

n – число замеров (n=5)

9) Рассчитать действительную массовую концентрацию целевого компонента в смеси на выходе рабочего эталона $X_{ПГ}$, мг/м³, по формуле (7):

$$X_{ПГ} = X_{Э} \cdot \frac{\bar{P}_Г}{\bar{P}_Э} \quad (7)$$

Где $X_{Э}$ - заданное значение массовой концентрации целевого компонента в смеси на эталонном генераторе, мг/м³;

10) Повторить п.п. 1) – 9) для всех целевых компонентов, приведенных в паспорте на рабочий эталон;

Результаты определения относительной погрешности признают положительными, если удовлетворяется следующее уравнение (8):

$$\frac{X_{ПГ_{расч}} - X_{ПГ}}{X_{ПГ}} \cdot 100 \leq \delta X_{см} \quad (8)$$

где $X_{ПГ_{расч}}$ - значение массовой концентрации целевого компонента в смеси на выходе рабочего эталона, рассчитанное на основании значений расхода газа-разбавителя и производительности источника микропотока, отображаемое на дисплее рабочего эталона, мг/м³;

$\delta X_{см}$ - относительная погрешность заданного значения массовой концентрации целевого компонента в смеси на выходе рабочего эталона при работе с ИМ, $\delta X_{см}$, % (см. таблицу 5 в РЭ на рабочий эталон).

7. Оформление результата поверки

7.1. При проведении поверки рабочего эталона составляется протокол, в котором указывается соответствие рабочего эталона предъявляемым к нему требованиям. Форма протокола приведена в приложении А.

7.2. Рабочий эталон, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

7.4. При отрицательных результатах поверки, рабочий эталон к применению не допускается, на него выдается извещение о непригодности с указанием причины.

**Протокол поверки
рабочего эталона 1-го разряда – генератора газовых смесей ГГС**

Модификация _____
 Зав. номер рабочего эталона _____
 Дата выпуска _____
 Организация, представившая рабочий эталон на поверку _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ К
 атмосферное давление _____ кПа
 относительная влажность _____ %

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

Электрическое сопротивление изоляции составило _____ МОм

Электрическая прочность изоляции _____

Герметичность _____

3. Результаты определения метрологических характеристик

3.1 Результаты определения относительной погрешности измерения расхода по каналам

Показания рабочего эталона, $Q_r, \text{см}^3/\text{мин}$	Показания измерителя расхода газа $Cal=Trak SL-800, Q_c, \text{см}^3/\text{мин}$			Относительная погрешность $\frac{Q_r - Q_c}{Q_c}, \%$		Выво- ды
	при увеличе- нии	при уменьше- нии	Сред- нее	Полученное значение	Допускае- мое значение	

3.2 Результаты определения относительной погрешности заданного значения объемной (молярной) доли компонента в смеси на выходе рабочего эталона (только для мод ГГС-Р и ГГС-К)

Целевые компоненты	Заданное значение объемной (молярной) доли компонента на выходе рабочего эталона, X_{CM} , %	Действительное значение объемной (молярной) доли целевого компонента на выходе рабочего эталона, $X_{ПГ}$, %	Отн. погрешность заданного значения объемной (молярной) доли компонента в смеси на выходе рабочего эталона, %		Выводы
			Полученное значение	Допускаемое значение	

3.3 Результаты определения относительной погрешности заданного значения массовой концентрации компонента в смеси на выходе рабочего эталона (только для мод ГГС-Т и ГГС-К)

Целевые компоненты	Заданное значение массовой концентрации компонента на выходе рабочего эталона, X_{CM} мг/м ³	Действительное значение массовой концентрации целевого компонента на выходе рабочего эталона, $X_{ПГ}$, мг/м ³	Отн. погрешность заданного значения массовой концентрации компонента в смеси на выходе рабочего эталона, %		Выводы
			Полученное значение	Допускаемое значение	

4. Заключение _____

(соответствует или не соответствует требованиям, приведенным в данной методике)

Поверитель _____

(подпись)

Дата поверки “ ____ ” _____ 20 ____ г.

Перечень газовых смесей – эталонов сравнения по ГОСТ 8.578-2008, применяемых при поверке рабочих эталонов 1-го разряда – генераторов газовых смесей ГГС мод ГГС-Р и ГГС-К

№ п/п	Тип эталона	Определяемый и фоновый компоненты	Молярная доля компонента, %		Доверительная абсолютная погрешность δ , %		Относительная погрешность	
1.	Хд 2.706.136-ЭТ1	Ar+N2	4,0	6,0	0,015		0,370	0,250
2.	Хд 2.706.136-ЭТ75	C2H2+N2	0,50	1,00	0,00500	0,01000	1,000	
3.	Хд 2.706.136-ЭТ76	C2H2+N2	0,001	0,005	0,00004	0,00020	4,000	
4.	Хд 2.706.136-ЭТ109	C2H4+воздух	0,200	1,500	0,008	0,015	4,000	1,000
5.	Хд 2.706.136-ЭТ151	C2H4+воздух	0,002	0,010			1,500	
6.	Хд 2.706.136-ЭТ240	C2H5SH+воздух	0,3	1,5			3,000	
7.	Хд 2.706.136-ЭТ201	C2H6+N2	2,500	5,000			0,700	
8.	Хд 2.706.136-ЭТ12	C3H8+N2(воздух)	0,5	1,0	0,002		0,400	0,200
9.	Хд 2.706.141-ЭТ31	C3H8+N2(воздух)	0,010	0,018	0,0002		2,000	
10.	Хд 2.706.136-ЭТ263	C5H12+воздух	0,010	0,100			1,000	
11.	Хд 2.706.136-ЭТ264	C5H12+воздух	0,100	1,000			0,500	
12.	Хд 2.706.136-ЭТ180	C6H14+воздух	0,010	0,500			1,000	
13.	Хд 2.706.136-ЭТ4	CH4+N2(воздух)	0,5	1,0	0,002		0,400	0,200
14.	Хд 2.706.141-ЭТ9	CH4+N2(воздух)	0,0005	0,0009	0,00001		2,000	
15.	Хд 2.706.141-ЭТ10	CH4+N2(воздух)	0,001	0,0018	0,00002		2,000	
16.	Хд 2.706.136-ЭТ143	CHClF2+воздух	0,004	0,010	0,00015	0,0003	3,750	3,000
17.	Хд 2.706.136-ЭТ144	CHClF2+воздух	0,020	0,250	0,001	0,007	5,000	2,800
18.	Хд 2.706.138-ЭТ27	Cl2+N2	0,010	0,050	0,0002	0,001	2,000	
19.	Хд 2.706.138-ЭТ28	Cl2+N2	0,050	0,500	0,001	0,010	2,000	
20.	Хд 2.706.136-ЭТ17	CO+N2(воздух)	0,5	1,0	0,002		0,400	0,200
21.	Хд 2.706.136-ЭТ81	CO2+N2	0,150	0,190	0,001		0,667	0,526

22.	Хд 2.706.136-ЭТ24	CO2+N2(воздух)	0,5	1,0	0,002		0,400	0,200
23.	Хд 2.706.141-ЭТ22	CO2+N2(воздух)	0,010	0,018	0,0002		2,000	
24.	Хд 2.706.136-ЭТ82	H2+N2	0,100	0,170	0,002		2,000	1,176
25.	Хд 2.706.136-ЭТ85	H2+воздух	0,200	2,000	0,001	0,003	0,500	0,150
26.	Хд 2.706.136-ЭТ83	H2+N2	1,000		0,003		0,300	
27.	Хд 2.706.136-ЭТ44	H2S+N2	1,2	1,9	0,006		0,500	0,316
28.	Хд 2.706.138-ЭТ5	H2S+N2	0,002	0,010	0,00003	0,00015	1,500	
29.	Хд 2.706.138-ЭТ23	HCl+N2	0,010	0,050	0,0002	0,001	2,000	
30.	Хд 2.706.136-ЭТ90	He+N2	0,100	0,500	0,030	0,010	30,000	2,000
31.	Хд 2.706.136-ЭТ92	He+воздух	1,000	5,000	0,010	0,030	1,000	0,600
32.	Хд 2.706.138-ЭТ29	HF+N2	0,005	0,500	0,0002	0,020	4,000	
33.	Хд 2.706.136-ЭТ122	n-C4H10+воздух	0,100	1,000			1,000	
34.	Хд 2.706.136-ЭТ58	n-C6H14+N2	0,5	1,0	0,005		1,000	0,500
35.	Хд 2.706.136-ЭТ55	NH3+N2	0,5	1,0	0,003		0,600	0,300
36.	Хд 2.706.136-ЭТ140	NH3+N2	2,500	5,000	0,008	0,015	0,320	0,300
37.	Хд 2.706.138-ЭТ20	NH3+N2	0,100	3,000	0,00200	0,0500	2,000	
38.	Хд 2.706.136-ЭТ46	NO+N2	0,5	1,0	0,003		0,600	0,300
39.	Хд 2.706.138-ЭТ35	NO+N2	0,010	0,100			1,000	
40.	Хд 2.706.136-ЭТ52	NO2+N2(воздух)	0,5	1,0	0,005		1,000	0,500
41.	Хд 2.706.138-ЭТ15	NO2+N2(воздух)	0,010	0,100	0,00015	0,00150	1,500	
42.	Хд 2.706.136-ЭТ78	O2+N2	0,50	9,50	0,00100	0,01900	0,200	
43.	Хд 2.706.136-ЭТ79	O2+N2	0,0001	0,10	0,000002	0,00050	2,000	0,500
44.	Хд 2.706.136-ЭТ50	SO2+N2	1,2	1,9	0,006		0,500	0,316
45.	Хд 2.706.138-ЭТ1	SO2+N2	0,001	0,010	0,000015	0,00015	1,500	

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Эталоны сравнения – источники микропотоков газов и паров, применяемые при поверке рабочих эталонов 1-го разряда - генераторов газовых смесей ГГС мод ГГС-Т и ГГС-К

Тип эталона	Компонент	Массовая концентрация, мг/м ³ , при расходе 20 – 180 дм ³ /ч	Производительность, мкг/мин, при температуре 30 – 60 °С	Границы относительной погрешности (P=0,99), %
Хд.2.706.139-ЭТ10	SO ₂	0,017 – 0,330	0,05 – 0,10	±3,0
Хд.2.706.139-ЭТ1	SO ₂	0,33 – 3,30	0,1 – 1,0	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ2	SO ₂	3,3 – 33,3	1,0 – 10,0	±1,5
Хд.2.706.139-ЭТ3	H ₂ S	0,33 – 3,30	0,1 – 1,0	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ4	H ₂ S	3,3 – 33,3	1,0 – 10,0	±1,5
Хд.2.706.139-ЭТ12	NO ₂	0,017 – 0,330	0,05 – 0,10	±3,0
Хд.2.706.139-ЭТ5	NO ₂	0,33 – 3,30	0,1 – 1,0	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ6	NO ₂	3,3 – 33,3	1,0 – 10,0	±1,5
Хд.2.706.139-ЭТ11	NH ₃	0,017 – 0,330	0,05 – 0,10	±3,0
Хд.2.706.139-ЭТ17	NH ₃	0,17 – 3,30	0,5 – 1,0	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ7	NH ₃	3,3 – 33,3	1,0 – 10,0	±1,5
Хд.2.706.139-ЭТ13	Cl ₂	0,017 – 0,330	0,05 – 0,10	±3,0
Хд.2.706.139-ЭТ8	Cl ₂	0,33 – 3,30	0,1 – 1,0	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ9	Cl ₂	3,3 – 50,0	1,0 – 15,0	±1,5
Хд.2.706.139-ЭТ14	HF	0,033 – 1,670	0,1 – 0,5	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ15	HCl	0,033 – 3,300	0,1 – 1,0	±2,0
Хд.2.706.139-ЭТ16	HCl	3,3 – 33,3	1,0 – 10,0	±1,5
Хд.2.706.140-ЭТ1	Ацетон	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ2	Бензол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ3	Толуол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ4	о-Ксилол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ5	Бутанол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ6	Метанол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ7	Этилацетат	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ8	Гексан	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ9	Хлороформ	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ10	Дихлорэтан	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ11	Сероуглерод	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ12	м-Ксилол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ13	п-Ксилол	0,67 – 400,00	1,0 – 20,0	±2,0
Хд.2.706.140-ЭТ14	Ацетон	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±5,0
Хд.2.706.140-ЭТ15	Бензол	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±2,5
Хд.2.706.140-ЭТ16	Толуол	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±2,5
Хд.2.706.140-ЭТ17	о-Ксилол	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±5,0
Хд.2.706.140-ЭТ18	Бутанол	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±2,5
Хд.2.706.140-ЭТ19	Этилацетат	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±2,5
Хд.2.706.140-ЭТ20	Гексан	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±2,5
Хд.2.706.140-ЭТ21	Хлороформ	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±5,0
Хд.2.706.140-ЭТ22	Дихлорэтан	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±5,0

Тип эталона	Компонент	Массовая концентрация, мг/м ³ , при расходе 20 – 180 дм ³ /ч	Производительность, мкг/мин, при температуре 30 – 60 °С	Границы относительной погрешности (P=0,99), %
Хд.2.706.140-ЭТ23	м-Ксилол	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±5,0
Хд.2.706.140-ЭТ24	п-Ксилол	0,07 – 0,67	0,1 – 1,0	±5,0

Примечание 1: Возможность использования ЭС определяется сроком годности ЭС, который указывается в паспорте на ЭС.

Примечание 2. ЭС регистрируется во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» при его изготовлении и аттестации с помощью ГЭТ 154-01.