

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Тоголинский

М.п. «14» _____ 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Комплекс газоаналитический поверочный РЭКРТ-М

Методика поверки

МП-242-2066-2016

Руководитель научно-исследовательского
отдела госэталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
_____ Л.А. Конопелько

Инженер _____ А.А. Нечаев

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на комплекс газоаналитический поверочный РЭКРТ-М (далее – комплекс), предназначенный для воспроизведения единицы массовой концентрации гидразина (N₂H₄), монометилгидразина (ММГ), несимметричного диметилгидразина (НДМГ) и диоксида азота (NO₂) в воздухе и азоте и устанавливает методы и средства его первичной поверки при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов расхода из состава комплекса в соответствии с заявлением владельца, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

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 герметичности	6.2.1	да	да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
4. Определение метрологических характеристик	6.4		
4.1 Определение диапазонов и относительной погрешности измерения расхода газа	6.4.1	да	да
4.2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения относительной влажности приготавливаемой газовой смеси на выходе комплекса	6.4.2	да	да
4.3 Определение абсолютной погрешности измерения температуры в термостате	6.4.3	да	да
4.4 Определение относительной погрешности заданных значений массовой концентрации целевых компонентов в смеси на выходе комплекса	6.4.4	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 применяют 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
6.2 6.4	Азот газообразный особой чистоты сорт 1-й по ГОСТ 9293-74. Редуктор баллонный газовый одноступенчатый БКО-50-4 соответствует ГОСТ 13861. Манометр эталонный МО, кл. 0,4, верхний предел измерений 0,6 МПа по ТУ 25-05-1664-74. Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм. Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм Тройник со штуцерами на трубки 4×1,5 и 6×1,5 мм.
6.4.1	Калибратор расхода газа Cal=Trak SL-500, диапазон измерений от 2 см ³ /мин до 50 дм ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности измерений ±0,4 %
6.4.2	Гигрометр ИВА-6Б-2П, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %, пределы допускаемой относительной погрешности ±1,0 %.
6.4.3	Термометр сопротивления платиновый низкотемпературный ТСПН-4М в комплекте с преобразователем сигналов ТС и ТП «Теркон», диапазон температур 0...+156, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 °С.
6.4.4*	Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы по МИ № 243/03-2016, МИ № 243/04-2016, МИ № 243/05-2016, МИ № 243/06-2016
6	Прибор комбинированный Testo-622, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100%, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±2,0 %, диапазон измерений температуры от -10 до +60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,4 °С, диапазон измерений атмосферного давления от -300 до 1200 гПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3,0 гПа.

* Примечание: для п.6.4.4 используются средства измерений и инструменты, указанные в документах: «Методика измерений массовой концентрации диоксида азота в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/03-2016», «Методика измерений массовой концентрации несимметричного диметилгидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/05-2016», «Методика измерений массовой концентрации монометилгидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/06-2016», «Методика измерений массовой концентрации гидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/04-2016».

2.2 Допускается использовать средства поверки, не приведенные в перечне, но обеспечивающие применение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны сравнения и стандартные образцы состава: ГС в баллонах под давлением - действующие паспорта, все эталонные комплексы - действующие свидетельства по результатам исследований.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

3.2 При монтаже и работе с приборами должны соблюдаться требования «Правил технической эксплуатации электроустановок» и «Правил техники безопасности при

эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные органами Госэнергонадзора.

3.3 При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться требования «Правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором.

3.4 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

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, %, не более: 80;
- диапазон атмосферного давления, кПа: от 84 до 106,7;
- изменение атмосферного давления за время проведения поверки не должно превышать 3 кПа;
- изменение температуры окружающего воздуха за время проведения поверки не должно превышать 2 °С.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготавливают поверяемый газоаналитический комплекс РЭКРТ-М к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации (далее – РЭ).

5.2 Выдерживают ГС в баллонах под давлением в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, средства поверки – в течение 2 ч.

5.3 Проверяют наличие паспортов и сроки годности ГС в баллонах под давлением, срок действия свидетельств о поверке на средства поверки.

5.4 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

5.5 Подготовить к работе средства измерения и инструменты, указанные в документах: «Методика измерений массовой концентрации диоксида азота в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/03-2016», «Методика измерений массовой концентрации несимметричного диметилгидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/05-2016», «Методика измерений массовой концентрации монометилгидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/06-2016», «Методика измерений массовой концентрации гидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/04-2016» в соответствии с НТД на них перед выполнением работ по передаче единицы.

При подготовке к работе средств измерения проводят следующие операции:

1) Подготовить комплекс к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя «Комплекс газоаналитический поверочный РЭКРТ-М. Руководство по эксплуатации. Хд1.456.505РЭ»

2) Подготовить аналитический блок комплекса к работе в соответствии с технической документацией «Газоанализатор ИФГ-М. Руководство по эксплуатации. 5Б2.840.494 ТО».

3) Подготовить к работе калибратор расхода газа Met Lab ML-500 согласно РЭ на него.

4) Подготовить к работе термометр сопротивления платиновый низкотемпературный ТСПН-4М в комплекте с преобразователем сигналов ТС и ТП «Теркон» согласно РЭ на него.

5) Подготовить к работе гигрометр ИВА-6Б-2П согласно РЭ на него.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого комплекса 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 комплекс соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка герметичности газовой системы комплекса

Проверка герметичности газовой системы комплекса проводится следующим образом:

- удалить воду из установки УРТ-М согласно п. 2.2.7 РЭ на комплекс;
- подсоединить редуктор к баллону с азотом (воздухом, инертным газом), а выход редуктора – к выходному штуцеру «ВЫХОД 1» установки УРТ-М; подсоединить к штуцеру установки «СБРОС» эталонный манометр с пределом измерения 0,16 МПа (1,6 кгс/см²);
- закрыть заглушками остальные входы и выходы установки УРТ-М;
- задать максимальный расход по регулятору РРГ 1 (Q_т);
- установить с помощью редуктора давление (0,10 ± 0,01) МПа (1,0 ± 0,1 кгс/см²), герметично перекрыть линию подачи газа от редуктора к установке.
- зафиксировать показания эталонного манометра. Через 10 мин. повторно зафиксировать показания манометра.

Спад давления не должен превышать 0,01 МПа (0,1 кгс/см²).

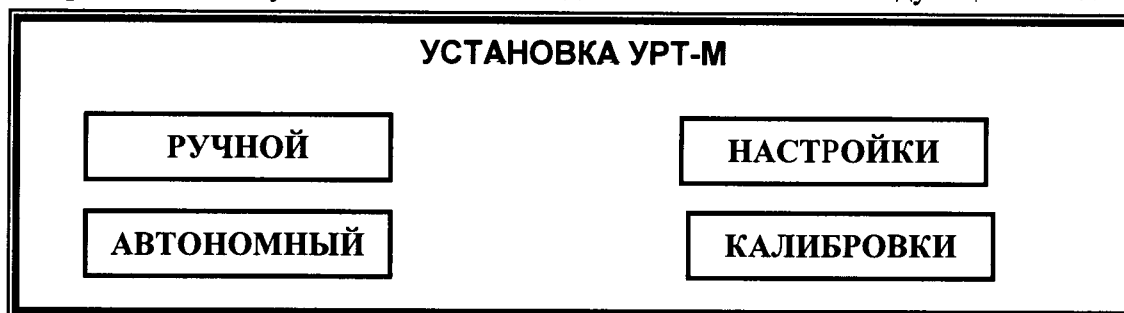
6.2.2 Работоспособность аналитического блока проверяется согласно п. 2.4 РЭ на аналитический блок. В ходе процедуры проверки работоспособности должны отсутствовать сообщения о неисправности или несоответствия расхода норме.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

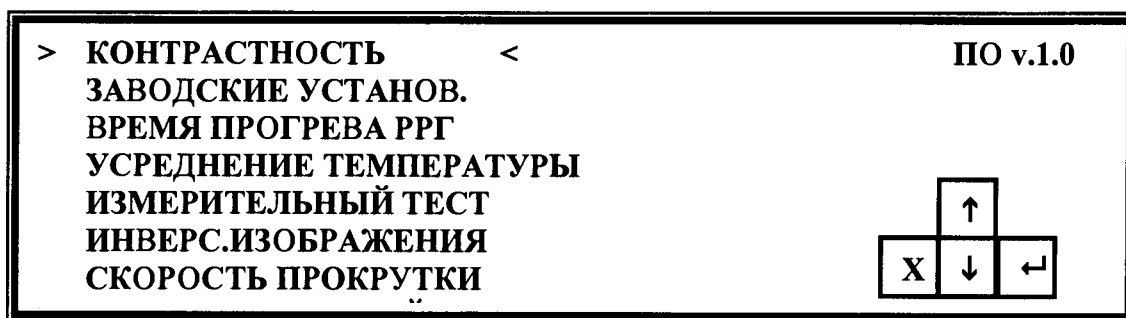
Подтверждение соответствия ПО проводится в несколько этапов. На первом этапе проверяется номер версии встроенного ПО установки УРТ-М (блоков УРТ-МО и УРТ-МТ), на втором этапе проверяется номер версии и контрольная сумма автономного ПО установки УРТ-М (блоков УРТ-МО и УРТ-МТ).

1) Проверка номера версии встроенного ПО установки УРТ-М (блоков УРТ-МО и УРТ-МТ)

При включении установки УРТ-М на дисплее появляются следующее меню:



Для входа в настройки установки необходимо зайти в меню НАСТРОЙКИ нажатием соответствующего поля на экране. Появится следующее меню:



В правом верхнем углу экрана должен отображаться номер версии ПО.

2) Проверка контрольной суммы и номера версии автономного ПО установки УРТ-М (блоков УРТ-МО и УРТ-МТ)

Номер версии автономного ПО отображается в свойствах исполняемых файлов «urt-mo.exe» и «urt-mt.exe». Для просмотра номера версии необходимо найти в папке программы «URT-MO Control Software» («URT-MT Control Software») файл «urt-mo.exe» («urt-mt.exe»). Правой клавишей мыши нажать на ярлык файла, в выпадающем меню нажать пункт «Свойства файла». В открывшемся окне открыть вкладку «Версия». Номер версии файла будет являться номером версии автономного ПО.

Контрольная сумма автономного программного обеспечения проверяется по исполняемым файлам «urt-mo.exe» и «urt-mt.exe» с помощью программы HashTab или другой аналогичной по алгоритму MD5 и должна соответствовать указанному в описании типа СИ.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение диапазонов и относительной погрешности измерения расхода газа.

Оценивается разность показаний регуляторов расхода газа и калибратора расхода газа Met Lab ML-500 по каждому из каналов. Исследования проводятся на газе азоте следующим образом:

- 1) Подсоединить редуктор к баллону с калибровочным газом;
- 2) Подать питание в установку УРТ-М, прогреть прибор в течение 30 мин;
- 3) Слить воду с насытителя (барботера) – см РЭ п. 2.2.7 и каплеуловителя – см РЭ п. 2.2.8;
- 4) Зафиксировать ноль по всем каналам;
- 5) Подключить выход редуктора к входу «ВХОД 1» при исследовании канала 1, к входу «ВХОД 2» при исследовании канала 2 и 3, остальные входы заглушить;
- 6) К выходу установки «ВЫХОД 1» подключить калибратор расхода газа Met Lab ML-500, штуцер «СБРОС» заглушить;
- 7) Редуктором установить давление на входе установки $(0,20 \pm 0,05)$ МПа;
- 8) Установить следующие значения расхода через исследуемый регулятор: 10, 25, 50, 75, 100 % (в % от верхнего предела регулирования данного регулятора) и зафиксировать показания калибратора расхода газа Met Lab ML-500, соответствующие этим расходам. Повторить операцию при уменьшении расхода от 100 % до 10. Число измерений в каждой точке – 3. Результаты записать в таблицу 3.

Таблица 3

Канал № . . . ; Расход - . . .

Показания УРТ-М, $Q_u, \text{см}^3/\text{мин}$	Показания калибратора расхода газа Met Lab ML-500, $Q_c, \text{см}^3/\text{мин}$			Относительная погрешность $\frac{Q_y - Q_c}{Q_c} \cdot 100,$ %
	при увеличении	при уменьшении	среднее	

Результат испытания считают положительным, если максимальное значение относительной погрешности в каждом из последовательных измерений не превышает пределов допускаемых значений относительной погрешности по выбранному каналу расхода газа, приведённом в таблице 4:

Таблица 4 Диапазоны измерений и регулирования расхода по каналам, пределы допускаемой относительной погрешности установки УРТ-М

Канал	Диапазон измерений расхода (приведенный к температуре 20 °С и давлению 101,4 кПа), см ³ /мин	Пределы допускаемой относительной погрешности измерения расхода, %
1	от 150 до 6500	±1,5
2	от 150 до 6500	
3	от 30,0 до 500,0	

6.4.2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения относительной влажности приготавливаемой газовой смеси на выходе комплекса

Определение абсолютной погрешности росы воспроизведения относительной влажности приготавливаемой газовой смеси на выходе комплекса проводится с использованием гигрометра ИВА-6Б-2П.

Подключить гигрометр к выходу «ВЫХОД 1» установки УРТ-М.

Задать последовательно на выходе комплекса следующие значения относительной влажности: 30, 50 и 80 %. Относительную влажность смеси на выходе комплекса $\varphi_{расч}$ рассчитать согласно РЭ на комплекс.

После выхода установки УРТ-М на заданный режим и установления постоянных показаний гигрометра, записать измеренное значение относительной влажности $\varphi_{г}$ по гигрометру.

Определить значение абсолютной погрешности относительной влажности $\Delta\varphi$ для каждой точки по формуле (1):

$$\Delta\varphi = \varphi_{расч} - \varphi_{г} \quad (1)$$

Результат испытаний считают положительным, если максимальное значение абсолютной погрешности относительной влажности на выходе комплекса в каждом из последовательных измерений не превышает $\pm 3\%$.

6.4.3 Определение абсолютной погрешности измерения температуры в термостате

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

- установить термометр сопротивления в держатель для источников микропотоков и поместить в термостатируемую камеру установки УРТ-М, закрутить крышку держателя;
- установить расход газа через термостат (Q_T) 100 см³/мин (см. РЭ комплекс);
- установить температуру термостата 30 °С;
- контролировать ход нагрева по показаниям на дисплее и через 90 мин после окончания переходного процесса зафиксировать показания термометра T_T и установки T_U и определить абсолютную погрешность измерения температуры по формуле:

$$\Delta(t)_1 = T_T - T_U, \text{ °С}; \quad (2)$$

- Повторить операции в) и г) для температур 60, 90, 120 °С, определив абсолютные погрешности $\Delta(t)_2 - \Delta(t)_4$.

Комплекс считается выдержавшим проверку, если наибольшее значение абсолютной

погрешности $\Delta(t)_1 - \Delta(t)_2$ не превышает $\pm 0,1$ °С, $\Delta(t)_2 - \Delta(t)_4$ не превышает $\pm 0,2$ °С.

6.4.4 Определение относительной погрешности заданных значений массовой концентрации целевых компонентов в смеси на выходе комплекса

Определение относительной погрешности проводится следующим образом:

- 1) Включить и прогреть установку УРТ-М согласно РЭ на комплекс.
- 2) Подготовить блоки термостатирования к работе, залить рабочий компонент (гидразин, монометилгидразин, НДМГ, NO₂) в петлевые дозаторы.

2) Установить в блоки установки УРТ-М - источники микропотоков (в блок УРТ-МТ – НДМГ, в блок УРТ-МО – NO₂), дождаться выхода на режим источника (время выхода источника на режим указано в паспорте на источник).

3) Приготовить последовательно увлажненные газовые смеси с помощью комплекса РЭКРТ-М с характеристиками указанными в таблице 1 Приложения А. Для приготовления газовых смесей с гидразином и монометилгидразином в качестве источника компонента необходимо использовать петлевые дозаторы с блоками термостатирования.

3) Установить в аналитический блок ленту ПЛК из комплекта (для каждого компонента необходимо использовать соответствующую ленту ПЛК).

4) В соответствии с РЭ на комплекс провести 10 измерений массовой концентрации (C_{Ki} , мг/м³) с помощью аналитического блока и рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений (C_K , мг/м³):

$$C_K = \frac{\sum_{i=1}^{10} C_{Ki}}{10} \quad (3)$$

Проверить приемлемость результатов десяти измерений

$$\frac{C_{Ki}^{\max} - C_{Ki}^{\min}}{C_K} \cdot 100 \leq 10 \quad (4)$$

где C_{Ki}^{\max} и C_{Ki}^{\min} - максимальное и минимальное значение массовой концентрации из 10-ти измерений, мг/м³.

Если условие (4) не выполняется, то повторить измерения согласно разделу 4)

5) Произвести измерение и расчет действительного значения массовой концентрации C_D на выходе комплекса РЭКРТ-М в соответствии с документами : «Методика измерений массовой концентрации диоксида азота в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/03-2016», «Методика измерений массовой концентрации несимметричного диметилгидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/05-2016», «Методика измерений массовой концентрации монометилгидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/06-2016», «Методика измерений массовой концентрации гидразина в увлажненной газовой смеси фотометрическим методом. МИ № 243/04-2016».

б) Вычислить относительную погрешность заданного значения массовой концентрации целевого компонента в смеси на выходе комплекса δ , %:

$$\delta = \frac{(C_K - C_D)}{C_D} \cdot 100 \quad (5)$$

Где C_D - значение действительной массовой концентрации на выходе комплекса РЭКРТ-М;

C_K - значение массовой концентрации на выходе установки УРТ-М измеренной с помощью аналитического блока комплекса РЭКРТ-М.

Комплекс считается выдержавшим проверку, если относительная погрешность заданного значения массовой концентрации целевого компонента в смеси на выходе

комплекса не превышала допускаемое значение $\pm 10\%$.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в Приложении Б.

7.2. Комплекс, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него выдается свидетельство о поверке установленной формы (при первичной или периодической поверке).

7.3. Комплекс, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Список газовых смесей с НДМГ, NO₂, ММГ, N₂H₄ приготавливаемых на установке УРТ-М при поверке:

Таблица 1

Целевой компонент	Массовая концентрация, мг/м ³ / Относительная влажность, %		
НДМГ, ММГ, N ₂ H ₄	0,1 / 60	1 / 60	5 / 60
NO ₂	2 / 60	30 / 60	60 / 60

Форма протокола поверки
комплекса газоаналитического поверочного РЭКРТ-М

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____ г.

Наименование прибора, тип	Комплекс газоаналитический поверочный РЭКРТ-М
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	
Заводской номер	01
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	
Место выполнения поверки	

Вид поверки _____

Методика поверки МП-242-2066-2016 «Комплекс газоаналитический поверочный РЭКРТ-М. Методика поверки», разработана и утверждена ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 14.03.2017 г.

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, идентификационные данные ГСО (номер партии, заводской номер, срок годности и т.д.)	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	20±5	
Относительная влажность воздуха, %	не более 80	
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7	

Результаты поверки:

- 1 Внешний осмотр _____
- 2 Опробование _____
- 3 Подтверждение соответствия программного обеспечения
- 4 Определение метрологических характеристик

4.1 Определение диапазонов и относительной погрешности измерения расхода газа

Канал № . . . ; Расход -

Показания УРТ-М, Q_y , $см^3/мин$	Показания калибратора расхода газа Met Lab ML-500, Q_c , $см^3/мин$			Относительная погрешность $\frac{Q_y - Q_c}{Q_c} \cdot 100$, %	
	при увеличении	при уменьшении	среднее	Полученное значение	Допускаемое значение
					$\pm 1,5$

4.2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения относительной влажности приготавливаемой газовой смеси на выходе комплекса

4.3 Определение абсолютной погрешности измерения температуры в термостате

4.4 Определение относительной погрешности заданных значений массовой концентрации целевых компонентов в смеси на выходе комплекса

Целевой компонент	Тип ПЛК/зав №	Заданный режим: массовая концентрация, $мг/м^3$ / отн. влажность, %	Значение массовой концентрации, измеренное аналитическим блоком комплекса C_K , $мг/м^3$	Действительное значение массовой концентрации C_D , $мг/м^3$	Относительная погрешность δ , %	
					Полученное значение	Допускаемое значение
НДМГ, ММГ, N_2H_4		0,1 / 60				± 10
		1,0 / 60				
		5,0 / 60				
NO_2		2 / 60				
		30 / 60				
		60 / 60				

5 Дополнительная информация _____

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

извещение о непригодности № _____ от _____

Причина непригодности _____

Поверку произвел _____

ФИО
Дата

Подпись