
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
8.916—
2016

Государственная система обеспечения
единства измерений

**ИСТОЧНИКИ МИКРОПОТОКОВ
ДИОКСИДА СЕРЫ, СЕРОВОДОРОДА,
ДИОКСИДА АЗОТА, ХЛОРА,
ХЛОРИСТОГО ВОДОРОДА, АММИАКА**

Методика поверки

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы», Подкомитетом ПК 206.5 «Эталоны и поверочные схемы в области измерения физико-химического состава и свойств веществ»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 августа 2016 г. № 958-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, оформление, 2016, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины, определения и сокращения	2
4 Операции поверки	2
5 Средства поверки	2
6 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей	3
7 Условия поверки	4
8 Подготовка к поверке	4
9 Проведение поверки	4
10 Обработка результатов измерений	5
11 Оформление результатов поверки	6
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола поверки источников микропотоков газов и паров	7
Библиография	8

Государственная система обеспечения единства измерений

**ИСТОЧНИКИ МИКРОПОТОКОВ ДИОКСИДА СЕРЫ, СЕРОВОДОРОДА,
ДИОКСИДА АЗОТА, ХЛОРА, ХЛОРИСТОГО ВОДОРОДА, АММИАКА****Методика поверки**

State system for ensuring the uniformity of measurements.

Permeation tubes for Sulfur Dioxide, Hydrogen Sulfide, Nitrogen Dioxide, Chlorine, Hydrogen Chloride, Ammonia.
Verification procedure

Дата введения — 2017—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на источники микропотоков диоксида серы, сероводорода, диоксида азота, хлора, хлористого водорода, аммиака — меры 1-го разряда по ГОСТ 8.578, предназначенные для передачи единицы массовой концентрации компонентов в газовых средах рабочим эталонам 2-го разряда и рабочим средствам измерений, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Настоящий стандарт распространяется на источники микропотоков газов и паров (далее — ИМ), применяемые в комплекте с генераторами газовых смесей термодиффузионного типа и имеющие следующие метрологические характеристики:

- производительность, мг/мин, от 0,02 до 50;
- пределы допускаемой относительной погрешности:
 - при производительности от 0,02 до 1,0 мг/мин $\pm (7-5) \%$;
 - при производительности свыше 1,0 до 50 мг/мин $\pm (5-3) \%$.

Интервал между поверками ИМ устанавливается при утверждении типа средств измерений (далее — СИ) и указывается в свидетельстве об утверждении типа СИ.

При проведении испытаний в целях утверждения типа СИ допускается разрабатывать методики поверки, распространяющиеся на другие типы ИМ, не противоречащие настоящему стандарту.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2.601 Единая система конструкторской документации. Эксплуатационные документы

ГОСТ 2.610 Единая система конструкторской документации. Правила выполнения эксплуатационных документов

ГОСТ 8.578 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13045 Ротаметры. Общие технические условия

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **производительность ИМ (G)**: Количество вещества, диффундирующего из источника микропотока газов и паров в единицу времени (мкг/мин).

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ГС — газовая смесь;

ИМ — источник микропотока газов и паров;

ИМ-ЭС — источник микропотока газов и паров — эталоны сравнения;

СИ — средство измерений;

СКО — среднее квадратическое отклонение;

ЭД — эксплуатационная документация.

Примечание — К ЭД согласно настоящему стандарту относятся: руководство по эксплуатации, паспорт (формуляр) по ГОСТ 2.601, ГОСТ 2.610.

4 Операции поверки

4.1 При проведении поверки ИМ выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	9.1
2 Проверка заполнения ИМ	9.2
3 Определение метрологических характеристик	9.3

4.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

4.3 Периодической поверке подлежат ИМ, которые заполнены веществом не менее чем на 30 % от полной вместимости или от массы вещества, указанной в паспорте.

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и/или метрологические характеристики (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
9	Прибор комбинированный для измерения температуры, относительной влажности воздуха и абсолютного давления, например Testo 622, обеспечивающий МХ: - диапазон измерений температуры 10 °C — 30 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °C; - диапазон измерений относительной влажности 30 % — 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %; - диапазон измерений абсолютного давления 80—110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ кПа
9.2	Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427, 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
9.3	Газоанализатор-компаратор, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154—2011 (комплекс Б4) или в состав вторичного эталона по ГОСТ 8.578. Относительное СКО среднего арифметического показаний, не более: при производительности ИМ 0,02—1,0 мг/мин — 2 %, при производительности ИМ свыше 1,0 до 50 мг/мин — 1,5 % Генератор газовых смесей термодиффузионного типа*, например ГГС модификаций ГГС-Т или ГГС-К по [1], обеспечивающий МХ: - диапазон задания и поддержания температуры термостата 30 °C — 120 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ °C (в диапазоне 30 °C — 60 °C), $\pm 0,2$ °C (в диапазоне свыше 60 °C до 120 °C); - диапазон задания объемного расхода 100—5000 см ³ /мин, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm (1,5—1)$ % Меры — эталоны сравнения: ИМ диоксида серы, сероводорода, диоксида азота, хлора, хлористого водорода, аммиака по ГОСТ 8.578. Границы относительной погрешности при $P = 0,95 \pm (1,5—3)$ % Поверочный нулевой газ воздух марки А по [2] или азот газообразный особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9293 в баллоне под давлением Вентиль точной регулировки ВТР-1 или ВТР-1-М160. Диапазон рабочего давления 0—150 кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм 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
* При проведении поверки используют два генератора (один — для выхода ИМ на температурный режим по 9.3.2, второй — для проведения измерений по 9.3.3).	

5.2 Допускают применение других средств, не приведенных в таблице 2, метрологические характеристики которых не хуже указанных в таблице 2.

5.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГС в баллонах под давлением и ИМ-ЭС — действующие паспорта.

6 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

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

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены правила безопасности по ГОСТ 12.2.007.0 и [3].

6.4 К проведению поверки ИМ допускают лиц, ознакомленных с ГОСТ 8.578, ЭД ИМ и документацией на средства поверки, имеющих квалификацию поверителя и прошедших инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

6.5 При работе с ИМ соблюдают правила техники безопасности при работе со сниженными газами, токсичными и ядовитыми веществами, сброс ГС осуществляют в вытяжной шкаф.

6.6 ИМ запрещается подносить к лицу, вскрывать, перезаряжать, подвергать ударам и изгибам, обтирать, смачивать, нагревать до температуры, превышающей значение, указанное в паспорте, и охлаждать ниже минус 5 °С.

7 Условия поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха 15 °С — 25 °С;
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха 30 % — 80 %;
- диапазон атмосферного давления 84—106 кПа.

8 Подготовка к поверке

8.1 Подготавливают к работе поверяемый ИМ в соответствии с требованиями ЭД.

8.2 Подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их ЭД. При необходимости проводят корректировку нулевых показаний и чувствительности газоанализатора-компаратора.

8.3 Проверяют наличие паспортов и сроков годности ГС в баллонах под давлением и ИМ-ЭС.

8.4 Баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, не менее 24 ч, поверяемый ИМ — не менее 12 ч.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

9.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие ИМ следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность и безопасность;
- отсутствие загрязнения, изменения цвета или агрегатного состояния вещества ИМ (если конструкция ИМ позволяет выполнить визуальный контроль);
- соответствие комплектности, маркировки и надписей, нанесенных на корпусе ИМ, требованиям ЭД.

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

9.2 Проверка заполнения ИМ

Проверку заполнения ИМ выполняют путем измерения массы ИМ на аналитических весах или оценки объема вещества в ИМ с помощью линейки (ИМ располагают вертикально).

Результаты проверки считают положительными, если ИМ заполнен веществом не менее чем на 70 % от полной вместимости или от массы вещества, указанной в паспорте, при первичной поверке и на 30 % — при периодической поверке.

9.3 Определение метрологических характеристик

9.3.1 Определение относительной погрешности проводят методом компарирования поверяемого ИМ с ИМ-ЭС на соответствующий компонент с помощью газоанализатора-компаратора.

Производительность ИМ-ЭС может отличаться от производительности поверяемого ИМ не более чем на 30 %.

9.3.2 Перед проведением измерений выдерживают поверяемый ИМ и ИМ-ЭС в генераторе газовых смесей термодиффузионного типа (генератор для выхода ИМ на температурный режим) при номинальном значении температуры T_H , °С, указанном в паспорте соответствующего ИМ, не менее 2 ч. Расход азота в линии термостата устанавливают (100 ± 20) см³/мин.

9.3.3 Измерения выполняют в последовательности:

а) Помещают ИМ-ЭС в генератор газовых смесей термодиффузионного типа (генератор для проведения измерений) и устанавливают режим работы: температура термостата T_H , °C, в соответствии с паспортом на ИМ-ЭС, расход ГС на выходе генератора Q , см³/мин.

Значение расхода ГС на выходе генератора Q , см³/мин, выбирают в соответствии с ЭД газоанализатора-компаратора. Показания газоанализатора-компаратора при подаче ГС должны находиться в пределах (20—90) % от верхней границы диапазона измерений.

При необходимости подача ГС на вход газоанализатора-компаратора проводится с применением тройника, при этом расход ГС в линии сброса устанавливают не менее 0,20 дм³/мин при помощи ротаметра РМ-А-0,16 ГУЗ.

б) Выдерживают ИМ-ЭС в данных условиях не менее 30 мин, затем подают ГС с выхода генератора на газоанализатор-компаратор и регистрируют его показания.

в) Подачу ГС проводят не менее 5 раз ($n = 5$).

г) Вынимают ИМ-ЭС из генератора.

д) Повторяют операции по перечислению а) — г) 9.3.3 для поверяемого ИМ.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Рассчитывают средние значения показаний газоанализатора-компаратора для поверяемого ИМ $\bar{A}^{ИМ}$ и для ИМ-ЭС $\bar{A}^{ЭС}$ по формулам:

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

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

где $A_i^{ИМ}$ — i -показание газоанализатора-компаратора при подаче ГС от генератора при установленном в него поверяемом ИМ, мг/м³ (млн⁻¹);

$A_i^{ЭС}$ — i -показание газоанализатора-компаратора при подаче ГС от генератора при установленном в него ИМ-ЭС, мг/м³ (млн⁻¹).

10.2 Рассчитывают относительное СКО среднего арифметического показаний газоанализатора-компаратора для поверяемого ИМ, $S^{ИМ}$, %, и для ИМ-ЭС, $S^{ЭС}$, %, по формулам:

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

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

Полученные значения относительного СКО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 2.

Если данное условие не выполняется, необходимо провести повторные измерения по 9.3.3.

10.3 Рассчитывают измеренное значение производительности поверяемого ИМ G_u , мкг/мин, по формуле

$$G_u = \frac{\bar{A}^{ИМ}}{\bar{A}^{ЭС}} G^{ЭС}, \quad (5)$$

где $G^{ЭС}$ — значение производительности ИМ-ЭС, указанное в паспорте, мкг/мин.

10.4 Рассчитывают значение относительной погрешности ИМ δ , %, по формуле

$$\delta = \frac{G_n - G_u}{G_u} \cdot 100, \quad (6)$$

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

10.5 Результаты определения погрешности ИМ считают положительными, если полученное значение погрешности (по модулю) не превышает пределов допускаемой погрешности, установленных при утверждении типа СИ и указанных в ЭД поверяемого ИМ.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При положительных результатах первичной или периодической поверки ИМ признают годным к применению и выписывают на него свидетельство о поверке установленной формы согласно [4]. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

При первичной поверке до ввода в эксплуатацию допускается вместо оформления свидетельства о поверке наносить знак поверки в паспорт ИМ.

11.2 При отрицательных результатах первичной или периодической поверки ИМ признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, выдают извещение о непригодности установленной формы согласно [4] с указанием причин непригодности.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки источников микропотоков газов и паров

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

1. Наименование, 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)
(нужное подчеркнуть)
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 _____
 - 10.3. Определение относительной погрешности

Значение производительности ИМ, приведенное в паспорте на ИМ, $G_{\text{ИМ}}$, мкг/мин	Измеренное значение производительности ИМ, $G_{\text{ИМ}}$, мкг/мин	Значение относительной погрешности, полученное при поверке, %

Вывод: _____

Заключение _____, зав. № _____
(наименование, тип, исполнение)

соответствует (не соответствует) предъявляемым требованиям и признано годным (не годным) к применению.

Поверитель _____
(подпись) _____ (инициалы, фамилия)

Выдано свидетельство о поверке _____ от _____

(Выдано извещение о непригодности _____ от _____)

Библиография

- [1] ШДЕК 418313.009 ТУ Генераторы газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р, ГГС-Т, ГГС-К, ГГС-03-03. Технические условия
- [2] ТУ 6-21-5-82 Газы поверочные нулевые. Воздух. Технические условия
- [3] Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденные Приказом Ростехнадзора от 25 марта 2014 г. № 116
- [4] «Порядок проведения проверки средств измерений, требования к знаку проверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденный Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815

УДК 681.2.089:006.354

ОКС 17.020

Ключевые слова: источник микропотока газов и паров, диоксид серы, сероводород, диоксид азота, хлор, хлористый водород, аммиак, методика поверки

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Половой*

Сдано в набор 15.03.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84^{1/8}. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru