ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМЕНИ Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА (ВНИИМ)

МЕТОДИКА
ПОВЕРКИ ОБРАЗЦОВЫХ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ НИЗКИХ АБСОЛЮТНЫХ ДАВЛЕНИЙ

МИ 111—76

Москва — 1977

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНА Всесоюзным ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ)

Директор **Тарбеев Ю. В.**
Руководитель темы **Рыжов В. А.**
Исполнитель **Ильина В. Н.**

ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ Лабораторией законодательной метрологии ВНИИМ

Руководитель лаборатории **Селиванов М. Н.**
Исполнитель **Соколова Е. А.**

УТВЕРЖДЕНА Научно-техническим советом ВНИИМ 29 марта 1976 г. (протокол № 6)

УДК 531.787

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

ОБРАЗЦОВЫХ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ НИЗКОГО АБСОЛЮТНОГО ДАВЛЕНИЯ

МИ 111—76

Настоящая методика распространяется на образцовые средства измерений абсолютного давления в диапазоне 10^{-3} — 10^{3} Па ($\sim 10^{-5}$ — 10 мм рт. ст.) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице.

Наименование операции	Номера пунктов методики
Внешний осмотр	4.1
Проверка герметичности	4.2
Определение постоянной компрессионного манометра	4.3
Определение погрешности шкалы отсчетного устройства компрессионного манометра	4.4
Определение чувствительности мембранно-емкостного манометра	4.5
Определение коэффициента преобразования манометрического преобразователя мембранно-емкостного манометра	4.6
Проверка ухода нуля мембранно-емкостного манометра	4.7
Определение объемов измерительных резервуаров установки с калиброванными объемами	4.8
Определение погрешности образцового средства измерений	4.9

Примечание. Поверка вольтметра от 0 до 1000 В, класса 0,2, встроенного в мембранно-емкостный манометр, проводится по Инструкции 184—62 «По поверке амперметров, вольтметров, ваттметров, варметров». Поверка манометра, встроенного в установку с калиброванными объемами, проводится по ГОСТ 8.161—73.

©Издательство стандартов, 1977

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Для поверки образцовых средств измерений низкого абсолютного давления должны применяться следующие средства:

Государственный специальный эталон единицы давления для области низких абсолютных давлений по ГОСТ 8.107—74;

набор компрессионных манометров 1-го разряда по ГОСТ 8.107—74;

образцовый вольтметр постоянного тока от 0 до 1000 В, класса 0,2;

образцовые шкалы 2-го разряда по ГОСТ 8.020—75;

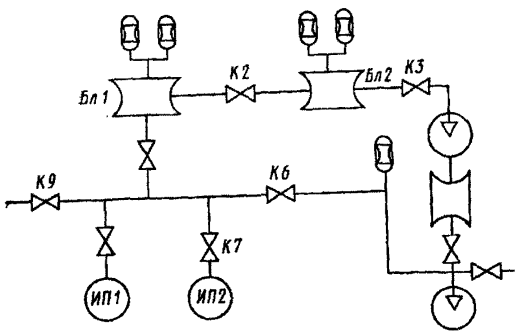
образцовые гири 2-го разряда по ГОСТ 14636—69;

термометр с пределами измерений от 15 до 25°С по ГОСТ 2045—43;

откачной вакуумный пост с калиброванными резервуарами (рисунок), позволяющий получать давление $\sim 10^{-4}$ Па ($\sim 10^{-6}$ мм рт. ст.);

образцовый вакуумметр, класса 0,16 по ГОСТ 6521—72;

течеискатель с чувствительностью не менее 10^{-7} л·мкм/с.



3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

атмосферное давление 750±30 мм рт. ст.;

относительная влажность воздуха при температуре 20°С 65±15%;

напряжение сети 220±4,4 В;

частота 50±0,5 Гц;

содержание гармоник, не более 5%;

температура воздуха 20±5°С (при скорости изменения ее не более 0,3°С в час).

Температуру воздуха следует измерять на расстоянии не более 0,5 м от поверяемого и образцового приборов на высоте не более 0,5 м над ними.

До начала поверки поверяемый и образцовый приборы должны находиться на рабочем месте 6 ч при температуре окружающего воздуха, указанной выше.

3.2. За 6 ч до начала поверки компрессионных манометров в резервуары для ртути заливают ртуть марки Р-1.

3.3. За 30 мин до начала поверки компрессионных манометров производят 3—4 подъема и опускания ртути.

3.4. Для охлаждения высоковакуумных насосов необходимо обеспечить подачу воды.

3.5. Поверку производят по азоту в статическом режиме.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемых приборов следующим требованиям:

корпус прибора и литые детали не должны иметь дефектов, ухудшающих внешний вид прибора;

не должно быть прямого доступа к токоподводящим линиям;

отсчетное устройство должно иметь заводской номер;

соединительные кабели не должны иметь повреждений.

На маркировочной табличке прибора должны быть нанесены:

товарный знак или наименование предприятия-изготовителя,

заводское обозначение прибора, его номер и год выпуска;

перемещение всех подвижных частей должно быть плавным, без рывков и заеданий;

нулевые отметки на шкалах должны совпадать с соответствующими индексами;

шкалы с подсветкой должны иметь осветительные лампочки.

4.2. Проверка герметичности

Проверку герметичности поверяемого прибора производят гелиевым течеискателем в соответствии с инструкцией по эксплуатации течеискателя.

4.3. Определение постоянной компрессионного манометра

Постоянную образцового манометра 1-го разряда, равную отношению площади поперечного сечения канала измерительного капилляра к начальному объему сжатия, определяют непосредственным сличением с эталонным компрессионным манометром.

Поверку образцового компрессионного манометра 2-го разряда производят непосредственным сличением с манометром 1-го разряда. Перед определением постоянной необходимо убедиться в правильности геометрической формы канала капилляра на всей его длине путем последовательного подъема ртути в измерительном капилляре при одной отсечке газа.

Значение переменной hH должно удовлетворять условию

$$\frac{(hH)_{max}-(hH)_{min}}{(hH)_{min}}<0{,}005, \qquad (1)$$

где h — высота сжатого газа в измерительном капилляре, м ($h_{min}\geqslant 0{,}007$);

H — разность уровней менисков ртути в измерительном и сравнительном капиллярах, м ($H_{min}\geqslant 0{,}007$).

Постоянную манометра определяют не менее чем для трех равномерно распределенных значений давления диапазона измерений m при числе измерений в каждой серии n_j не менее 20.

Постоянную k_i поверяемого манометра рассчитывают по формуле

$$k_i=\left(\frac{p}{hH+\frac{hp}{\varrho_т\, g}}\right)_i, \qquad (2)$$

где p — давление по образцовому манометру, Па;

$\varrho_т$ — плотность ртути при температуре измерения, кг/м^3;

g — ускорение свободного падения, м/с^2.

Среднее значение $\overline{k}$ равно

$$\overline{k}=\frac{1}{m}\sum_{1}^{m}\frac{1}{n_j}\sum_{i=1}^{n_j}ki. \qquad (3)$$

Среднее квадратическое отклонение $S_{пов}$ определяют по формуле

$$S_{пов}=\sqrt{\frac{\sum_{1}^{m}\sum_{1}^{n}(k_i-\overline{k})^2}{mn\,(mn-1)}}. \qquad (4)$$

Погрешность определения постоянной манометра δ определяют по формуле

$$\delta=\delta_{обр}+2{,}5\,S_{пов}, \qquad (5)$$

где $\delta_{обр}$ — предел допускаемой относительной погрешности образцового манометра.

4.4. Определение погрешности шкалы отсчетного устройства компрессионного манометра

Определение погрешности шкалы отсчетного устройства производят сличением со штриховыми мерами 2-го разряда.

Предел допускаемой погрешности шкалы отсчетного устройства не должен превышать 0,05 мм.

4.5. Определение чувствительности мембранно-емкостного манометра

Чувствительность манометра определяют при давлении в обеих камерах не более $\sim 6 \cdot 10^{-4}$ Па ($\sim 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.) методом подачи напряжения, равного 10 В, между компенсационным электродом и мембраной.

Отклонение стрелки нуль-индикатора блока питания должно быть не менее 10% шкалы.

4.6. Определение коэффициента преобразования манометрического преобразователя мембранно-емкостного манометра

4.6.1. Коэффициент преобразования манометрического преобразователя определяют сличением поверяемого и эталонного манометров при номинальном давлении $1 \div 2 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст. при числе измерений не менее 20.

Коэффициент преобразования $\overline{C}$ определяют по формуле

$$\overline{C} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \frac{U_i^2}{p_i}, \qquad (6)$$

где U_i — напряжение компенсации при i-м измерении, В;

p_i — давление, определяемое по эталонному манометру, Па;

n — число измерений.

4.6.2. Линейность градуировочной характеристики преобразователя во всем рабочем диапазоне определяют следующим образом. Вакуумную систему (см. рисунок) откачивают до давления $\sim 6 \cdot 10^{-4}$ Па ($\sim 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.), закрывают клапаны *К2*, *К3*, *К6*, *К7* и натекателем *К9* создают в резервуаре *Бл1* давление p_1, близкое к верхнему пределу измерений. Отсчет производят по поверяемым приборам *ИП1*, *ИП2*. Известно, что $p_{1i} = k_i U_{1i}^2$, (7)

где $k_i = \frac{1}{C_i}$. (8)

Открывают клапан *К2*, измеряют давление $p_{2i} = k_i U_{2i}^2$. (9)

По закону Бойля—Мариотта

$$p_1 V_1 = p_2 (V_1 + V_2), \qquad (10)$$

где V_1 и V_2 — объемы резервуаров *Бл1* и *Бл2*, соотношение объемов

$$\frac{V_2}{V_1} \simeq 5.$$

Преобразуя формулу (8) и подставив p_1 и p_2, получают

$$\frac{p_{1i}}{p_{2i}} = \frac{k_i U_{1i}^2}{k_i U_{2i}^2} = \frac{V_1 + V_2}{V_1}. \qquad (11)$$

Понижая несколько раз начальное давление на полпорядка, получают ряд значений

$$\frac{p_{11}}{p_{21}} = \frac{p_{12}}{p_{22}} = \frac{p_{13}}{p_{23}} = \ldots = \frac{k_1 U_{11}^2}{k_1 U_{21}^2} = \frac{k_2 U_{12}^2}{k_2 U_{22}^2} = \frac{U_{13}^2}{U_{23}^2} =$$

$$= \ldots = \frac{V_1 + V_2}{V_1}.$$

Условие выполняется при постоянстве коэффициента k во всем рабочем диапазоне. Если отклонение отношения показаний манометра $\left(\frac{U_1}{U_2}\right)_i^2$ от его среднего значения

$$\left(\frac{\overline{U_1}}{U_2}\right)^2 = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{U_1}{U_2}\right)_i^2$$

более 5%, то манометрический преобразователь бракуют.

4.7. Проверка ухода нуля мембранно-емкостного манометра

Проверку ухода нуля производят при давлении в обеих камерах не выше $\sim 6 \cdot 10^{-4}$ Па ($\sim 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.).

Уход нуля манометра за 1 ч не должен превышать 30% шкалы нуль-индикатора.

4.8. Определение объемов измерительных резервуаров установки с калиброванными объемами

4.8.1. В установку с калиброванными объемами входят большие $V_б$ и малые $V_м$ измерительные резервуары.

Большой измерительный резервуар $V_б$ герметично подсоединяют к дополнительному резервуару с известным объемом V_0, снабженным образцовым манометром класса 0,16 с диапазоном измерения 0—760 мм рт. ст. Резервуары с известным объемом заполняют атмосферным воздухом, а поверяемый — откачивают до давления $p \leqslant 10^{-1}$ Па ($\sim 10^{-3}$ мм рт. ст.), давление контролируют по термопарному вакуумметру. Соединяют резервуары и измеряют давление p_1 по образцовому манометру.

Объем большого измерительного резервуара $V_б$ рассчитывают по формуле

$$V_б = V_0 \frac{p_{атм} - p_1}{p_1}. \qquad (12)$$

Примечание. Объем V_0 соизмерим с объемом поверяемого манометра. Погрешность определения V_0 должна быть не более 0,2% (см. инструкцию 31—64 «По поверке мер вместимости стеклянных технических 1-го и 2-го классов»).

4.8.2. Измерение объема малых измерительных резервуаров производят следующим образом.

В калиброванных резервуарах создают давление, равное атмосферному ($p_{атм}$). Соединяют с этими резервуарами предвари-

тельно откачанный малый измерительный резервуар, заполняют калиброванные резервуары жидкостью с низкой упругостью паров до тех пор, пока давление в системе не установится и станет равным первоначально измеренному ($p_{атм}$), и вычисляют измеряемый объем по формуле

$$V_м = V_{к01} + V_{к02}, \qquad (13)$$

где $V_{к01}$ и $V_{к02}$ — отсчет по шкалам калиброванных резервуаров.

Погрешность определения объемов должна быть не более 0,2%.

Описание операций, производимых при определении объемов малых резервуаров, приведено в приложении 1.

4.9. Определение погрешности образцового средства измерений

4.9.1. Погрешность компрессионного манометра обусловлена:

систематической погрешностью, вызванной разностью депрессий ртути в капиллярах манометра. Разность депрессий ртути в капиллярах манометра определяют путем многократных сравнений уровней ртути в капиллярах с уровнем ртути в параллельной капиллярам широкой трубке при давлениях меньших на два порядка нижнего предела измерения манометра. Значение поправки ($\overline{\Delta_1}$), обусловленной разностью депрессий ртути, должно быть внесено в уравнение измерения давления, приведенное в приложении 2;

систематической погрешностью ($\overline{\Delta_2}$), вызванной отличием формы запаянного конца измерительного капилляра от формы мениска ртути; поправку определяют путем многократных измерений уровней ртути в капиллярах манометра при одной отсечке ртути и подъеме ее ступенями в исследуемом манометре; значение поправки должно быть также внесено в уравнение измерения (приложение 2); погрешностью, вызванной случайным разбросом показаний манометра. Случайную погрешность образцового компрессионного манометра 1-го разряда определяют сличением с однотипным эталонным манометром при одновременной «отсечке» газа, подвергаемого сжатию. Образцовые манометры 2-го разряда сличают с манометрами 1-го разряда.

Среднее квадратическое отклонение $S_{пов}$ определяют по формуле

$$S_{пов} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(p_{i\,пов} - p_{i\,обр})^2}{n\,(n-1)}}, \qquad (14)$$

$p_{i\,пов}$ и $p_{i\,обр}$ — i-е измерение по поверяемому и образцовому манометрам.

Допускаемую относительную погрешность поверяемого манометра определяют по формуле (4).

Предел допускаемой относительной погрешности $\delta_{доп}$ не должен быть более 6% для манометров 1-го разряда и 15% — для манометров 2-го разряда.

4.9.2. Случайную погрешность образцового мембранно-емкостного компенсационного манометра определяют сличением его с эталонным мембранно-емкостным и эталонным компрессионным манометром в диапазоне давлений 65—13 Па ($\sim 5 \cdot 10^{-1}$ — $1 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст.) при $n \geqslant 20$.

При этом компрессионный манометр должен быть снабжен устройством, устраняющим откачивающее действие паров ртути, и разделительными охлаждаемыми ловушками.

Допускаемая относительная погрешность образцового мембранно-емкостного компенсационного манометра вычисляют по формулам (5) и (14). Предел допускаемой относительной погрешности $\delta_{доп.}$ образцового мембранно-емкостного манометра не должен быть более 6%.

4.9.3. Определение погрешности установки с калиброванными объемами.

Погрешность установки с калиброванными объемами определяют сравнением расчетного значения давления, получаемого на поверяемой установке, с показаниями эталонного мембранно-емкостного манометра

$$p_{i\,пов} = \alpha\gamma\left[1 - (\alpha + \beta + \gamma) + \frac{\varepsilon_0}{\alpha\gamma}\right] p_1, \qquad (15)$$

где $\alpha = \frac{V_{м1}}{V_{б1}}$; $\beta = \frac{V_{м2}}{V_{б1}}$; $\gamma = \frac{V_{м2}}{V_{б2} + V_{эт}}$; $\varepsilon_0 = \frac{p_1}{p_0}$;

$V_{м1}$, $V_{б1}$, $V_{м2}$, $V_{б2}$ — объемы измерительных резервуаров установки с калиброванными объемами (см. п. 4.8 настоящей методики);

$V_{эт}$ — объем камеры эталонного манометра, указанный в свидетельстве на него;

p_0 — остаточное давление, измеренное образцовым ионизационным манометром в объеме $(V_{б2} + V_{эт})$;

p_1 — исходное давление, измеренное образцовым манометром ОМ в объеме $V_{м1}$.

Эталонный мембранно-емкостный манометр герметично соединяют с последним звеном поверяемой установки (резервуаром, в котором происходит последняя ступень расширения газа).

Среднее квадратическое отклонение $S_{пов}$ определяют по формуле

$$S_{пов} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (p_{i\,пов} - p_{i\,эт})^2}{n\,(n-1)}}. \qquad (16)$$

Допускаемую относительную погрешность поверяемой установки δ определяют по формуле

$$\delta=\delta_{эт}+2{,}5S_{пов}. \qquad (17)$$

Предел допускаемой относительной погрешности $\delta_{доп}$ на нижнем пределе измерения установки с калиброванными объемами не должен быть более 3%.

Приведенная погрешность на верхнем пределе измерения определяется классом образцового манометра, по которому устанавливается исходное давление.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о государственной поверке по форме, установленной Госстандартом СССР.

Запись на оборотной стороне свидетельства приведена в приложении 3.

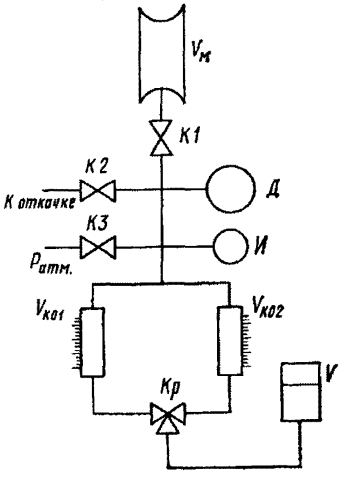
5.2. На образцовые средства измерений низкого абсолютного давления, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдается извещение о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

ОПИСАНИЕ ОПЕРАЦИЙ, ПРОИЗВОДИМЫХ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ОБЪЕМОВ МАЛЫХ РЕЗЕРВУАРОВ

Поверяемый резервуар $V_м$ (см. рисунок) герметично подсоединяют к системе калиброванных резервуаров $V_{к\,01}$ и $V_{к\,02}$. Откачивают резервуар $V_м$



через клапаны *К1* и *К2* до давления $p_0 \leqslant 10^{-1}$ Па ($\sim 10^{-3}$ мм рт. ст.). Давление контролируют манометром *И*. Если резервуар $V_м$ можно откачать с помощью откачных средств поверяемой установки, клапан *К2* не используется. Закрывают клапаны *К1* и *К2* и с помощью клапана *К3* в системе калиброванных резервуаров создают давление, равное атмосферному ($p_{атм}$),и измеряют его манометром *Д* типа ОМ. Закрывают клапан *К3*, открывают клапан *К1* и кран *Кр* и из резервуара *V* заполняют жидкостью калиброванные резервуары $V_{к\,01}$ и $V_{к\,02}$ до тех пор, пока давление в системе не установится равным первоначальному по показанию манометра *Д*.

Объемы малых резервуаров определяют по формуле (13) настоящей методики.

Примечание. Для наполнения резервуаров применяют жидкость с низкой упругостью паров.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

Уравнение измерения давления

$$p_i = \frac{k(h_с - h_и - \bar{\Delta}_1)(h_0 - h_и - \bar{\Delta}_2)}{1 - k(h_0 - h_и - \bar{\Delta}_1)},$$

где $\bar{\Delta}_1 = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(\delta_{и\,i} - \delta_{с\,i})$,

$(\delta_{и\,i} - \delta_{с\,i})$ — разность депрессий ртути в измерительном и сравнительном капиллярах при i-м измерении;

$$\bar{\Delta}_2 = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{V_{0i} - V_{иi}}{f}\right),$$

где $V_{0\,i}$ — объем, дополняющий купол конца измерительного капилляра до цилиндра;

$V_{и\,i}$ — объем, дополняющий мениск ртути до цилиндра;

f — площадь сечения измерительного капилляра;

k — постоянная манометра;

h_0 — высота внутреннего канала запаянного конца измерительного капилляра;

$h_и$ — высота ртути в измерительном капилляре;

$h_с$ — высота ртути в сравнительном капилляре.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПРИМЕР ЗАПИСИ НА ОБОРОТНОЙ СТОРОНЕ СВИДЕТЕЛЬСТВА О ПОВЕРКЕ

Результаты государственной поверки образцового компрессионного манометра:

постоянная манометра $k = \ldots$ 1/мм рт. ст.

начальный объем сжатия $V = \ldots$ см^3

$$P_i \frac{k(h_0 - h_и - \bar{\Delta}_2)(h_0 - h_и - \bar{\Delta}_2)}{1 - k(h_0 - h_и - \bar{\Delta}_1)} \text{(мм рт. ст.)},$$

$\overline{\Delta_1}$ = ... мм рт. ст.;

$\overline{\Delta_2}$ = ... мм рт. ст.;

h_0 — высота внутреннего канала запаянного конца измерительного капилляра, мм;

h_c — высота ртути в измерительном капилляре, мм;

$h_к$ — высота ртути в сравнительном капилляре, мм.

Результаты государственной поверки образцовой установки с калиброванными объемами:

Объемы измерительных резервуаров

$V_{м1}$ = ...

$V_{б1}$ = ...

$V_{м2}$ = ...

$V_{б2}$ = ...

$$p=\alpha\gamma\left[1-(\alpha+\beta+\gamma)+\frac{e_0}{\alpha\gamma}\right]p_1$$

$$\alpha=\frac{V_{м1}}{V_{б1}};\ \beta=\frac{V_{м2}}{V_{б1}};\ \gamma=\frac{V_{м2}}{V_{б2}};\ e_0=\frac{p_1}{p_0};$$

остаточное давление в объеме $V_{б2}$ p_0 = ... (Па, мм рт. ст.);

давление в объеме $V_{м1}$ p_1 = ... (Па, мм рт. ст.).

Допускаемая относительная погрешность измерения давления σ = ... %.

Результаты государственной поверки образцового мембранно-емкостного манометра:

коэффициент преобразования манометра

$$\overline{C}=...(\text{В}^2/\text{Па};\ \text{В}^2/\text{мм рт. ст.}).$$

Допускаемая отиосительная погрешность измерения давления, δ = ... %.

Подпись _____

Дата _____

МЕТОДИКА

поверки образцовых средств измерений низких абсолютных давлений

МИ 111—76

Редактор *Л. В Ярова*
Технический редактор *В Ю Смирнова*
Корректор *С. С Шишков*

Т—11308 Сдано в наб 26 01 77 Подп в печ 19 05 77 0 75 п л 0 73 уч изд л
Тир 3000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д 557, Новопресненский пер , 3
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер , 6 Зак 164

gost.e-ecolog.ru