

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



Ханов Н.И.
«30» апреля 2015 г.

АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ В ПРИРОДНОМ ГАЗЕ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ РА-915М-НГ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1894-2015

г.р. 61525-15

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


Л.А.Конопелько
Руководитель сектора
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»


И.Б.Максакова

САНКТ - ПЕТЕРБУРГ

2015

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	4
3	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
4	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	5
5	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
6	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	7
6.1	Внешний осмотр.....	7
6.2	Проверка соответствия программного обеспечения	7
6.3	Опробование	7
6.4	Определение основной относительной погрешности анализаторов	9
6.5	Проверка случайной составляющей погрешности.....	10
7	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11
	Приложение А (обязательное) Форма протокола поверки.....	12

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути в природном газе специализированные РА-915М-НГ и устанавливает методы их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Содержание и последовательность выполнения работ по поверке специализированных анализаторов ртути РА-915М-НГ должны соответствовать пунктам таблицы 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций	
		Первичная поверка	Периодическая поверка
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Проверка соответствия программного обеспечения	6.2	Да	Да
Опробование			
Проверка объемного расхода воздуха на входе анализатора	6.3.1	Да	Да
Проверка герметичности газового тракта	6.3.2	Да	Да
Проверка работоспособности анализатора	6.3.3	Да	Да
Определение среднего квадратического отклонения (СКО) нулевых показаний анализатора	6.3.4	Да	Да
Определение основной относительной погрешности анализаторов	6.4	Да	Да
Проверка случайной составляющей погрешности анализаторов	6.5	Да	Да

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться образцовые средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение документа, регламентирующего технические требования и/или метрологические и основные технические характеристики средства поверки
4.1	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-50)°С, цена деления 0,5 °С Психрометр аспирационный М-34-М, ТУ 52.07(ГРПИ 405.132.001)-92, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100 % Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79
6.3.1	Ротаметр модель 679 типа ротаметр 20 с пределом основной допускаемой приведенной погрешности $\pm 5\%$ от верхнего предела измерений по ТУ 64-1-0801-256-80
6.3.1, 6.3.2, 6.4	Трубки силиконовые медицинские внутренний диаметр 4 мм – 1м, 10 мм – 0,4 м по ТУ 6-01-1196-79. Зажим для эластичных трубок. ТУ 64-1-2201-76.
6.3.2, 6.4,	Ротаметр РМ-02-0,25 ГУЗ с верхним пределом измерений по воздуху 0,25 м ³ /ч (4,16 дм ³ /мин) и допускаемой основной погрешности $\pm 2,5\%$ от верхнего предела измерений по ТУ 4213-002-48318935-99
6.3.4, 6.4, 6.5	рабочий эталон 1-го разряда-генератор газовых смесей ГГС модификация ГГС-Т по ШДЕК.418313.009-2010
6.3.4, 6.4, 6.5	источник микропотока ртути (ИМ-Hg) 1-го разряда по ШДЕК 418319.010-2014 ТУ с относительной погрешностью не более $\pm 6\%$, номер Госреестра 60554-15
6.3.4, 6.4, 6.5	вентиль тонкой регулировки расход газа, например, натекатель Н-12 по ТУ 3742-004-533-73-468-2006
6.3.4, 6.4, 6.5	трубки из фторопласта-4Д длиной от 0,2 до 5,0 м с внутренним диаметром от 2 до 4 мм по ГОСТ 22056
6.3.4, 6.4, 6.5	- метан с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87

Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке. Средства измерений и стандартные образцы могут быть заменены аналогичными, обеспечивающими требуемую точность и пределы измерений, а вспомогательное оборудование, химические реактивы и материалы – обладающими аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки специализированных анализаторов РА-915М-НГ необходимо соблюдать требования безопасности при работе в химической лаборатории, а также требования следующих документов:

«Санитарные правила при работе со ртутью и ее соединениями и приборами с ртутным заполнением»: № 4607-88 от 04.04.88;

«Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» ПОТ Р М-016-2001.

По токсикологической характеристике согласно ГОСТ 12.1.007 горючие природные газы относятся к веществам 4-го класса опасности (вещества малоопасные), но при концентрациях, снижающих содержание кислорода в атмосфере до 15 % – 16 %, природный газ вызывает удушье. Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны по гигиеническим нормативам ГН 2.2.5.1313-03:

- метана – 7000 мг/м³ (максимальная разовая);

Горючие природные газы относятся к группе веществ, образующих с воздухом взрывоопасные смеси. Концентрационные пределы распространения пламени для метана в смеси с воздухом составляют: нижний концентрационный предел распространения пламени – 4,4 %, верхний концентрационный предел распространения пламени – 17 % по ГОСТ 30852.19.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 Все операции по поверке анализатора должны проводиться в условиях, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование влияющей физической величины	Номинальное значение	Допускаемое отклонение
Температура окружающего воздуха, °С	20	±5
Относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80	
Атмосферное давление, кПа	101,3	±4
Напряжение источника питания переменного тока, В	220	±22
Частота переменного тока, Гц	50	±1

4.2 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005-88, а паров ртути - не должно превышать 300 нг/м³.

4.3 Анализаторы должны предъявляться на поверку после проведения технического обслуживания в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора 514.00.00.00.00 РЭ (далее РЭ).

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить Руководство по эксплуатации анализатора, Руководство пользователя программного обеспечения РАПИД (далее РП) и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

5.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 2.

5.3 Подготавливают генератор и источник согласно РЭ.

5.4 Подготавливают анализатор к работе в соответствии с РЭ и включают его.

5.5 Проверяют заряд аккумуляторной батареи анализатора согласно РЭ. Если батарея заряжена не полностью, для дальнейшей поверки анализатора допускается подключение его к сети через блок питания, входящий в комплект поставки анализатора.

5.6 Подключают анализатор к компьютеру, на котором запускают управляющую программу РАПИД.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 Устанавливают отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса анализатора, могущих влиять на его метрологические характеристики.

6.2 Проверка соответствия программного обеспечения

При первичной поверке анализаторов проверяют соответствие как автономного, так и встроенного программного обеспечения. При периодической поверке анализаторов проверяют соответствие встроенного программного обеспечения.

6.2.1 Проверка встроенного программного обеспечения

Включают анализатор в соответствии с Руководством по эксплуатации. На пульте появляется заставка, на которой выводится название модели анализатора, изготовитель, заводской номер анализатора, версии программного обеспечения главной платы, а также текущие дата и время.

Результат проверки считают положительным, если номер версии главной платы (вторая группа цифр) соответствует значениям, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

6.2.2 Проверка автономного программного обеспечения

В главном окне программы РАПИД входят в окно «Информация о приборе» и нажимают кнопку «Идентификация ПО».

Результат проверки считают положительным, если в открывшемся окне «Идентификация ПО» номер версии соответствует значениям, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

6.3 Опробование

6.3.1 Проверка объемного расхода воздуха на входе в анализатор

6.3.1.1 К входному отверстию анализатора подключают при помощи силиконовой трубки ротаметр типа 20. Руководствуясь РП, в программе РАПИД входят в окно «Анализ газовых сред», включают насос анализатора, и регистрируют объемный расход воздуха по показаниям ротаметра. По окончании регистрации выключают насос анализатора.

6.3.1.2 Результаты проверки считают положительными, если объемный расход воздуха составляет не менее 10 дм³/мин.

Примечания

1. При подключении ротаметра не допускается использование штуцеров, вызывающих уменьшение объемного расхода воздуха вследствие сопротивления потоку.

2. Проверку разрешается проводить без предварительного прогрева анализатора.

6.3.2 Проверка герметичности газового тракта

6.3.2.1 Во входное и выходное отверстия анализатора устанавливают соответствующие штуцера. Штуцер, установленный в выходное отверстие анализатора, соединяют с ротаметром РМ-02-0,25 ГУЗ силиконовой трубкой. На штуцер, установленный во входное отверстие, надевают силиконовую трубку. Руководствуясь РП, в программе РАПИД входят в окно «Анализ газовых сред», включают насос анализатора. Пережимают силиконовую трубку зажимом. По показаниям ротаметра регистрируют объемный расход воздуха в течение 1 мин. По окончании регистрации выключают насос анализатора.

6.3.2.2 Результаты опробования считают положительными, если объемный расход воздуха не превышает 0,3 дм³/мин.

6.3.3 Проверка работоспособности анализатора

Проверку работоспособности анализатора проводят при помощи встроенной контрольной кюветы в окне «Контроль работоспособности» программы РАПИД согласно РП.

6.3.4 Определение среднего квадратического отклонения (СКО) нулевых показаний анализатора

6.3.4.1 Запускают программное обеспечение РАПИД. Входят в окно «Анализ газовых сред», в секции «Рабочая кювета» выбирают «многоходовая». Проверяют, установлено ли значение «30» для параметра «Количество точек для вычисления среднего значения и СКО» в окне «Настройки окна режима анализа газовых сред» и при необходимости устанавливают его. В окне «Анализ газовых сред» задают команды на установку сорбционного фильтра, включают насос, и запускают регистрацию выходного сигнала анализатора.

6.3.4.2 Не ранее чем через 3 мин после начала регистрации выходного сигнала фиксируют значение СКО сигнала анализатора в секции «Текущее значение концентрации».

6.3.4.3 Результаты опробования считают положительными, если СКО нулевых показаний анализатора не превышает 2 нг/м^3 .

6.4 Определение основной относительной погрешности анализаторов

6.4.1 Проверку основной относительной погрешности анализаторов проводят с использованием источников микропотоков паров ИМ-Нг с использованием в качестве носителя метана с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87. Производительность источников микропотоков и расход газа-носителя (в диапазоне от 2 до $10 \text{ дм}^3/\text{мин}$) выбирают таким образом, чтобы по возможности охватить весь диапазон измерений.

6.4.2 Подготавливают к работе источники микропотоков и генератор газовых смесей и выдерживают до момента стабилизации значений массовой концентрации ртути в получаемой парогазовой смеси (далее - ПГС) в течение времени, указанного в эксплуатационной документации на источники микропотоков.

6.4.3 Каждую ПГС подают на вход измерительного блока анализатора и регистрируют $n = 5$ раз значение массовой концентрации паров ртути в соответствии с Руководством по эксплуатации анализатора и руководством пользователя программным обеспечением.

нием. Блок прокачки анализатора при этом не используют.

6.4.4 Вычисляют среднее арифметическое полученных значений \bar{C}_{Hg} , нг/м^3 и среднеквадратическое отклонение S_{Hg} .

6.4.5 Рассчитывают действительное значение массовой концентрации паров ртути $C_{\text{Hgд}}$, нг/м^3

$$C_{\text{Hgд}} = \frac{\Pi}{Q \cdot 10^{-3}}, \quad (1)$$

где Π - производительность ИМ-Нг, нг/мин ;

Q – расход газа-носителя, $\text{дм}^3/\text{мин}$;

10^{-3} - коэффициент согласования размерности единиц объема.

6.4.6 Для каждого измерения (i - номер измерения), проведенного с определенной ПГС, вычисляют относительное отклонение (δ_i , %) измеренного значения $C_{\text{Hg},i}$, нг/м^3 от действительного:

$$\delta_i = \frac{C_{\text{Hg},i} - C_{\text{Hgд}}}{C_{\text{Hgд}}} \cdot 100, \quad (2)$$

6.4.7 За основную относительную погрешность измерений для данной ПГС принимают наибольшее по абсолютной величине значение δ_j .

6.4.8 Результаты проверки считают положительными, если для всех ПГС пределы допускаемой относительной погрешности измерений не превышают $\pm 25\%$.

6.5 Проверка случайной составляющей погрешности

6.5.1 Для проверки используют результаты, полученные по 6.4.3 – 6.4.4 для каждой ПГС.

6.5.2 Для каждой ПГС вычисляют значение относительного стандартного отклонения выходного сигнала анализаторов:

$$S_{\text{Hg, отн}} = \frac{S_{\text{Hg}}}{\bar{C}_{\text{Hgд}}} \cdot 100, \quad (3)$$

где \bar{C}_{Hg} – среднее арифметическое измеренных значений массовой концентрации ртути в ПГС, нг/м^3 ;

S_{Hg} – стандартное отклонение измеренных значений массовой концентрации ртути в ПГС, нг/м^3 .

6.5.3 Результаты проверки считают положительными, если относительного стандартного отклонения не превышает 5 %.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты, полученные при первичной и периодической поверке анализатора, заносят в протокол (Приложение А).

7.2 На анализаторы, признанные годными по результатам первичной (периодической) поверки, выдают Свидетельство о поверке установленного образца.

7.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, к применению не допускаются, и на них выдается Извещение о непригодности установленного образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Средство измерений – анализатор ртути в природном газе специализированный РА-915М-НГ

Зав. номер _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающей среды, °С _____

атмосферное давление, кПа _____

относительная влажность, % _____

Средства поверки: _____

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Опробование _____

3. Проверка соответствия программного обеспечения

Наименование и версия ПО _____

4. Определение метрологических характеристик

Наименование метрологической характеристики	Действительное значение массовой концентрации ртути, нг/м ³	Значение, полученное при поверке	Относительная погрешность измерений, %	Допускаемое значение, %	Относительное среднеквадратическое отклонение, %
Определение основной относительной погрешности и случайной составляющей погрешности				±25	
				±25	
				±25	

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: