

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

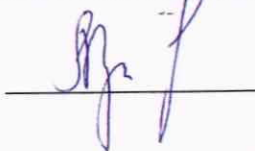
СОГЛАСОВАНО
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
АНАЛИЗАТОР РТУТИ ПРОМЫШЛЕННЫЙ
«РА915АМ-ПОТОК»
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 243-0006-2020**

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области органического и неорганического анализа
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.И. Крылов

Руководитель лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


И.Б. Максакова

Санкт-Петербург

2020

СОДЕРЖАНИЕ

Общие положения.....	3
1 Перечень операций поверки средства измерений.....	3
2 Требования к условиям проведения поверки	4
3 Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	4
4 Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	5
6 Внешний осмотр.....	6
7 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
8 Проверка соответствия программного обеспечения	8
9 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	8
10 Оформление результатов поверки	10
Приложение А	11

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на промышленные анализаторы ртути «РА915АМ-ПОТОК» (далее - анализаторы), и устанавливает методы их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 обеспечивается использованием для поверки генераторов газовых смесей и мер-источников микропотоков газов и паров, соответствующих Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2018 № 2664.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или меньшем числе поддиапазонов измерений.

1 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер раздела методики	Проведение операций при	
		при первичной проверке	при периодической
Внешний осмотр средства измерений	6	да	да
Подготовка к поверке и опробование	7.2	да	да
Проверка объемного расхода воздуха на входе	7.2.1	да	да
Проверка герметичности газового тракта	7.2.2	да	да
Определение эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром	7.2.3	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения	8	да	да
Определение метрологических характеристик:			
Определение СКО	9.1	да	да
Определение относительной погрешности анализаторов	9.2	да	да

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

2 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Все операции по поверке анализатора должны проводиться в условиях, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 - Условия проведения поверки

Наименование влияющей физической величины	Номинальное значение	Допускаемое отклонение
Температура окружающего воздуха, °С	20	±5
Относительная влажность воздуха, %	не более 80	
Атмосферное давление, кПа	101,3	±4

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.

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

3 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К работе с анализатором и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с приказом Росстандарта от 14 декабря 2018 № 2664, руководством по эксплуатации поверяемого анализатора и эталонных средств измерений, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

4 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны применяться образцовые средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, указанные в таблице 3.

Таблица 3 - Средства поверки

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
5	Термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ 46434-11) диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %, диапазон измерений температуры от 0 ⁰ С до +50 ⁰ С, атмосферное давление от 700 до 1100 гПа
7.2.1	Ротаметр любого типа, с допускаемой погрешностью не хуже ± 5 %, например по ТУ 4213-002-48318935-99
7.2.2	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.

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
7.2.3 9	Генератор газовых смесей ГГС-Т (регистрационный номер в ФИФ 62151-15); Источник микропотока ртути (ИМ-Hg) – рабочий эталон 1-го разряда исполнение (регистрационный номер в ФИФ 60554-15)*; Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4; по ТУ 3645-026-00220531-95; Трубки из фторопласта-4Д длиной от 0,2 до 5,0 м с внутренним диаметром от 2 до 4 мм по ГОСТ 22056; 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; Метан с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87 в баллоне под давлением; Азот с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ГОСТ 9293-74
<p align="center"><i>*Допускается использование нескольких ИМ одновременно для получения требуемой производительности</i></p>	

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, вспомогательное оборудование и материалы – обладающими аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

5 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки анализаторов 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;

Требования техники безопасности при эксплуатации ГС и чистых газов в баллонах под давлением должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением", утвержденным приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15.12.2020 г. № 536.

«Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Минтруда России от 24 июля 2013 года N 328н в редакции, действующей на момент применения настоящей методики.

6 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений (трещин, вмятин, окисленных контактов и др.), влияющих на работоспособность анализатора, а также линий связи;
- наличие маркировки анализатора согласно требованиям раздела 1.6 «Маркировка» руководства по эксплуатации ХАС 2.320.009 РЭ;

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

Изучают Руководство по эксплуатации анализатора ХАС 2.320.009 РЭ и настоящую методику, а также обеспечивают выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 4.

Проверяют наличие паспортов и сроки годности СО.

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

Вызывают экранную клавиатуру для ввода пароля с помощью оптического манипулятора. Для вызова клавиатуры манипулятором переводят курсор управления в левый верхний угол дисплея, через 5 секунд появляется окно для ввода PIN-кода (рисунок 1 А).




А






Б


Рисунок 1. А) Окно ввода PIN-кода; Б) Инструментальная панель


Вводят PIN-код и в появившейся в нижней части монитора инструментальной панели (рисунок 1 Б) переходят в настройки операционной системы, нажав , далее,

выбирают вкладку специальные возможности и вкладку включить экранную клавиатуру.

В окне программы Lumex Observer нажимают  и вводят во всплывшее окно Уровень доступа пароль: admin. Дожидаются завершения процесса автотестирования анализатора (около 10 мин) и перехода анализатора в режим измерений (индикатор Статус: Работа).

Нажимают , входят во вкладку параметров **Контроль окна** параметров анализатора, запоминают параметры V мин, л/мин и **Давление в аналитической кювете** мин, кПа. Устанавливают параметр V мин, л/мин равным -1, а параметр **Давление в аналитической кювете** мин, кПа равным 10. Сохраняют изменения нажатием  .

Переходят во вкладку **Процедура** и запоминают значение параметра **Продолжительность стартовой процедуры** перед началом измерения, сек, а затем устанавливают значение этого параметра равным 30000. Сохраняют изменение нажатием  .

Выходят из программы Lumex Observer, нажав кнопку **Выход**. Затем снова запускают программу Lumex Observer. Нажимают  и вводят во всплывшее окно Уровень доступа пароль: admin.

Результаты проверки считают положительными, если органы управления анализатором функционируют

7.2 Опробование

7.2.1 Проверка объемного расхода воздуха на входе анализатора

К входному отверстию анализатора подключают при помощи силиконовой трубки ротаметр. В верхнем углу окна программы нажимают кнопку Изм и регистрируют объемный расход воздуха по показаниям ротаметра. В верхнем углу окна программы нажимают кнопку Ноль и регистрируют объемный расход воздуха по показаниям ротаметра.

Результаты проверки считают положительными, если объемный расход воздуха в обоих случаях составляет не менее 4 дм³/мин.

Примечание- Проверку разрешается проводить без предварительного прогрева анализатора.

7.2.2 Проверка герметичности газового тракта

Подготавливают анализатор к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации и включают прокачку газа через аналитическую кювету. Регистрируют показание P₁, кПа, встроенного датчика давления анализатора.

На входной газовой штуцер анализатора надевают силиконовую трубку, пережимают ее зажимом и через 15 с снова регистрируют показание P₂, кПа, встроенного датчика давления в аналитической кювете анализатора.

Результаты проверки герметичности газового тракта считают положительными при условии $\Delta P > 45$ кПа, где $\Delta P = P_1 - P_2$.

7.2.3 Определение эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром

Подготавливают анализатор к работе в соответствии с РЭ.

Устанавливают клапан в положение для прокачки воздуха через канал сорбционного фильтра (кнопка *Ноль*).

Проводят измерения для ПГС (п.9.2.) с массовой концентрацией ртути, соответствующей первой трети диапазона измерений до фильтра и после фильтра.

Рассчитывают значение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром K_{ϕ} , %, по формуле:

$$K_{\phi} = \frac{\bar{C}_{изм} - C_{\phi}}{\bar{C}_{изм}} \cdot 100 \quad (7)$$

где

$\bar{C}_{изм}$ - значение массовой концентрации ртути в ПГС, $нг/м^3$;

C_{ϕ} - значение массовой концентрации ртути в ПГС после сорбционного фильтра, $нг/м^3$.

Результаты определения эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром считают положительными, если значение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром анализатора составляет не менее 98 %.

По завершении поверки возвращают исходные значения измененным параметрам согласно РЭ.

8 ПРОВЕРКА СООТВЕТСТВИЯ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

8.1 Подтверждение соответствия ПО системы проводится путем проверки соответствия ПО анализатора тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях для целей утверждения типа.

8.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора при включении анализатора;

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний для целей утверждения типа и указанными в Описании типа анализатора (приложение к Свидетельству об утверждении типа).

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Определение среднего квадратического отклонения нулевых показаний анализатора

Подготавливают анализатор к работе. К газовому входу подсоединяют сорбционный фильтр, поглощающий ртуть. В верхнем углу окна программы нажимают кнопку *Ноль*.

Не ранее чем через 3 мин после начала регистрации выходного сигнала фикси-

руют значение среднего квадратического отклонения сигнала анализатора в секции «СКО».

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{cp})^2}{n-1}} \quad (1)$$

Где

Y_i – выходной нулевой сигнал анализатора, у.е.

Y_{cp} – среднее значение выходного нулевого сигнала анализатора, у.е.

n – количество измерений.

$$ПО = 3 \cdot S_0 \quad (2)$$

$$C_{min} = 2 \cdot ПО \quad (3)$$

Результаты проверки считают положительными, если нижняя граница диапазона измерений (C_{min}) для исполнения V1 – не более $1,0 \text{ нг/м}^3$, для исполнения V2 – не более 10 нг/м^3 .

9.2 Определение относительной погрешности анализаторов

Определение относительной погрешности анализаторов проводят с использованием источников микропотоков паров ИМ-Нг и 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 4 до $10 \text{ дм}^3/\text{мин}$) выбирают таким образом, чтобы по возможности охватить весь диапазон измерений.

Подготавливают к работе источники микропотоков и генератор газовых смесей согласно РЭ 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.

Выбирают не менее трех точек в диапазоне измерений (например, 10, 1500 и 20000 нг/м^3 , пределы допускаемого отклонения $\pm 10 \%$) для исполнения V1 и для исполнения V2 (например, 10, 1500 и 100000 нг/м^3 , пределы допускаемого отклонения $\pm 10 \%$). Каждую ПГС подают на вход измерительного блока анализатора и регистрируют 5 раз результат измерений массовой концентрации паров ртути в соответствии с РЭ анализатора и руководством пользователя программным обеспечением. Вычисляют среднее арифметическое полученных значений \bar{C}_{Hg} , нг/м^3 и среднеквадратическое отклонение S_{Hg} по формуле:

$$S_{\text{Hg}} = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C}_{\text{Hg}})^2}{n-1}} \quad (4)$$

Результаты проверки считают положительными, если для всех ПГС среднеквадратическое отклонение S_{Hg} не превышает 5 %.

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

$$C_{\text{Hg,д}} = \frac{П}{Q \cdot 10^{-3}}, \quad (5)$$

где $П$ - производительность ИМ-Нг, нг/мин ;

Q – расход газа-носителя, дм³/мин;
 10^{-3} - коэффициент согласования размерности единиц объема.

Для каждого измерения (i - номер измерения), проведенного с определенной ПГС, вычисляют относительное отклонение (δ_i , %) измеренного значения $C_{Hg,i}$, нг/м³ от действительного:

$$\delta_i = \frac{C_{Hg,i} - C_{Hg,d}}{C_{Hg,d}} \cdot 100, \quad (6)$$

За относительную погрешность анализатора (δ , %) для данной ПГС принимают наибольшее по величине значение δ_i .

Результаты поверки считаются положительными, если в каждой точке поверки относительная погрешность анализатора не превышает $\pm \left(\frac{0,3}{C} + 0,2 \right) \cdot 100$ для исполнения V1 и $\pm \left(\frac{2,0}{C} + 0,2 \right) \cdot 100$ для исполнения V2.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

10.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению. При отрицательных результатах анализаторы не допускают к применению.

10.3 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, на средство измерений наносится знак поверки, и (или) выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
Форма протокола поверки
от _____

(дата поверки)

Наименование СИ	
Зав. №	
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование методики поверки СИ	
Владелец СИ	

Условия проведения поверки:

Параметры	Требования МП	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Средства поверки

(наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, сведения о поверке/аттестации)

Внешний осмотр средства измерений

(результаты внешнего осмотра средства измерений)

Подготовка к поверке и опробование средства измерений

(результаты подготовки к поверке и опробования средства измерений)

Проверка программного обеспечения средства измерений

(результаты проверки ПО средства измерений)

Определение метрологических характеристик

Действительное значение массовой концентрации ртути, (рассчитанное по п. 9.2), нг/м ³	Значение, полученное при поверке, нг/м ³	СКО, %		Относительная погрешность измерений*, %	
		Фактически полученное %	Допускаемое значение	Фактически полученное %	Допускаемое значение
			5		
			5		

Примечание - относительная погрешность измерений соответствуют $\pm \left(\frac{0,3}{C} + 0,2 \right) \cdot 100$ для исполнения V1 и $\pm \left(\frac{2,0}{C} + 0,2 \right) \cdot 100$ для исполнения V2

5. Коэффициент поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром анализатора K_{ϕ} (%) _____

Результаты поверки: _____
(годен, не годен – указать причину непригодности)

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

Поверитель: _____