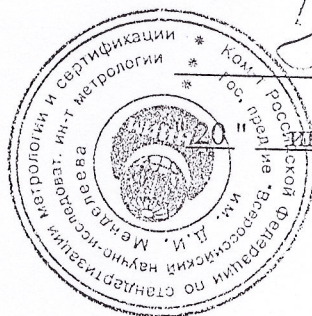


160

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ГЦИ СИ "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"



Александров В. С.

20 июля 1999 г.

АНАЛИЗАТОР РТУТИ РА-915⁺

Методика поверки

951.00.00.00.00.МП

Руководитель лаборатории Государственных эталонов
в области аналитических измерений
ГЦИ СИ "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

Л. А. Конопелько

г. Санкт-Петербург

1999

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор ртути РА-915⁺ и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки прибора при выпуске из производства, при эксплуатации, а также после ремонта и длительного хранения.

Периодичность поверки анализатора - 1 раз в год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2		
2.1 Проверка объемного расхода воздуха на входе газовой системы	6.2.4	Да	Да
2.2 Проверка объемного расхода воздуха на выходе газовой системы при перекрытом входе	6.2.5	Да	Да
2.3 Определение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром	6.2.6	Да	Да
2.4 Определение СКО нулевых показаний	6.2.7	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик			
Определение основной относительной погрешности	6.3	Да	Да

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции поверки дальнейшая поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

2.2 Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о государственной поверке. Средства измерений могут быть заменены аналогичными, обеспечивающими требуемую точность и пределы измерений.

Таблица 2.

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
4	Термометр лабораторный ТЛ-4 ГОСТ 28498-90, диапазон измерений 0 - 50 °С, цена деления 0,1 °С
4	Психрометр аспирационный МБ-4М, ГОСТ 6353-52, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100 %
4	Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79
6.2, 6.3	Приставка РП-91, ТУ 4215-952-20506233-99
6.2.4	Ротаметр для измерения объемного расхода воздуха от 1 до 20 дм ³ /мин (ротаметр 20) с основной допускаемой погрешностью ± 5 % от верхнего предела измерений, ТУ 64-1-0801-256-80
6.2.5, 6.3	Ротаметр РМ-А-1-0,063 ГУЗ для измерения объемного расхода воздуха и газов с верхним пределом измерения 0,063 м ³ /ч с допускаемой основной погрешностью ± 4 % от верхнего предела измерения, ГОСТ 13045-67
6.2.6, 6.3	Генератор паров ртути ГПР-1М, обеспечивающий получение ПГС с концентрациями паров ртути, находящимися в пределах 500-1500 нг/м ³ (ПГС № 1); 9000-11000 нг/м ³ (ПГС № 2); 18000-20000 нг/м ³ (ПГС № 3), и относительной погрешностью ± 10 %
6.2.6, 6.3	Источник постоянного тока 12,5 $\pm$ 2,5 В, выходная мощность не менее 15 Вт
6.2.4 - 6.2.7, 6.3.	Трубки силиконовые медицинские, ТУ 6-01-1196-79: внутренний диаметр 4 мм - 1 м; внутренний диаметр 14 мм - 0,4 м

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений на анализаторе РА-915⁺ необходимо соблюдать следующие требования:

"Основные правила безопасности работы в химической лаборатории", утвержденные Государственным комитетом химической промышленности при Госплане СССР;

"Санитарные правила при работе со ртутью и ее соединениями и приборами с ртутным заполнением": 4607-88 от 04.04.88;

"Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей" и "Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей".

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- 1) температура окружающего воздуха - $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- 2) относительная влажность воздуха - до 80 % при температуре $25 ^\circ\text{C}$;
- 3) атмосферное давление - 92 - 106,7 кПа;
- 4) напряжение сети питания должно быть $(220 \pm 22) \text{ В}$, частота $(50 \pm 1) \text{ Гц}$, не допускается наличие бросков напряжения сети или отключение питания любой длительности во время поверки;
- 5) воздух в помещении не должен содержать паров вредных веществ выше установленных ПДК по ГОСТ 12.1.005-88, а паров ртути - не выше 300 нг/м^3 .

4.2 Анализатор должен предъявляться на поверку после проведения технического обслуживания в соответствии с Руководством по эксплуатации 951.00.00.00.00 РЭ (далее - РЭ).

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить РЭ анализатора и настоящую методику поверки.

5.2 Обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

5.3 Подготовить к работе средства поверки, перечисленные в таблице 2, по прилагаемым к ним эксплуатационным документам.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1 Проверить комплектность анализатора в соответствии с РЭ.

6.1.2 Убедиться в отсутствии механических повреждений органов управления и корпуса анализатора.

6.2 Опробование.

6.2.1 Подготовить анализатор к работе и провести контроль его работоспособности в соответствии с п. 2.3 РЭ. Опробование производится при питании анализатора от встроенной аккумуляторной батареи.

6.2.2 Установить значения настраиваемых параметров, указанные в таблице 3 (см. п. 2.3.9 РЭ).

Таблица 3.

Параметр	Обозначение	Устанавливаемые значения	Примечания
1. Время усреднения, сек	$t_{\text{уср}}$	1	
2. Время измерения нуля, сек	$t_{\text{нуля}}$	20	
3. Время накопления, сек	$t_{\text{нак}}$	10	

6.2.3 Подготовить к работе приставку РП-91 в соответствии с п. 2.2 Руководства по эксплуатации 952.00.00.00.00.00 РЭ.

6.2.4 Проверка объемного расхода воздуха на входе газовой системы.

6.2.4.1 Установить штуцер воздухозаборный, входящий в комплект анализатора, во входное отверстие анализатора. Соединить штуцер воздухозаборный с ротаметром 20 (диапазон измерений 1 - 20 $\text{дм}^3/\text{мин}$), предварительно закрепленным на штативе приставки РП-91, силиконовой трубкой (внутренний диаметр 14 мм).

6.2.4.2 Провести подготовительные операции режима «Непрерывный» и осуществить его запуск согласно п. 2.4.1.3 РЭ. После измерения нулевого сигнала анализатор автоматически переходит к непрерывному измерению массовой концентрации ртути в воздухе. Наблюдать за показаниями ротаметра 20 в течение 1 мин, после чего нажать на кнопку «Esc».

6.2.4.3 Результаты проверки считаются положительными, если объемный расход воздуха составляет не менее 15 $\text{дм}^3/\text{мин}$.

6.2.5 Проверка объемного расхода воздуха на выходе газовой системы при перекрытом входе.

6.2.5.1 Установить выходной штуцер, входящий в комплект приставки РП-91, в выходное отверстие анализатора. Соединить выходной штуцер с ротаметром РМ-А-1-0,063 ГУЗ, предварительно закрепленным на штативе приставки РП-91, силиконовой трубкой (внутренний диаметр 4 мм). Пережать зажимом, входящим в комплект приставки РП-91, силиконовую трубку, присоединенную к воздухозаборному штуцеру анализатора.

6.2.5.2 Провести подготовительные операции режима «Непрерывный» и осуществить его запуск согласно п. 2.4.1.3. РЭ. После измерения нулевого сигнала анализатор автоматически переходит к непрерывному измерению массовой концентрации ртути в воздухе. Наблюдать за показаниями ротаметра РМ-А-1-0,063 ГУЗ в течение 1 мин, после чего нажать на кнопку «Esc».

6.2.5.3 Извлечь воздухозаборный и выходной штуцера соответственно из входного и выходного отверстий анализатора.

6.2.5.4 Результаты проверки считаются положительными, если объемный расход воздуха не превышает 0,3 $\text{дм}^3/\text{мин}$.

6.2.6 Определение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром.

6.2.6.1 Подключить генератор паров ртути ГПР-1М к источнику постоянного тока (12 В) и подготовить его к работе. Установить температуру термостатирования, соответствующую максимальной концентрации паров ртути в поверочной газовой смеси (ПГС № 3). Выждать 30 мин для установления температуры термостата.

6.2.6.2 Установить входной штуцер, входящий в комплект приставки РП-91, в отверстие фильтродержателя анализатора. Присоединить силиконовую трубку длиной 10 - 20 см (внутренний диаметр 4 мм) ко входному штуцеру.

6.2.6.3 Прodelать подготовительные операции режима «Контроль» и осуществить его запуск согласно п. 2.3.11 РЭ. После измерения нулевого сигнала анализатор автоматически переходит к непрерывному измерению массовой концентрации ртути в воздухе, прокачиваемом через встроенный сорбционный фильтр.

6.2.6.4 Установить рукоятку «Тест» ввода контрольной кюветы в положение «Выкл».

6.2.6.5 Надеть силиконовую трубку на штуцер смесительной камеры ГПР-1М. Выждать 1 мин и зафиксировать результаты пяти последовательных измерений S_i^ϕ , после чего нажать на кнопку «Esc» и переставить входной штуцер из отверстия фильтродержателя во входное отверстие анализатора.

6.2.6.6 Прodelать подготовительные операции режима «Непрерывный» и осуществить его запуск согласно п. 2.4.1.3 РЭ. После измерения нулевого сигнала анализатор автоматически переходит к непрерывному измерению массовой концентрации ртути в воздухе.

6.2.6.7 Выждать 2 - 3 минуты и нажатием кнопки «Ent» на блоке индикации включить протокольный режим (п. 2.4.1.4. РЭ).

6.2.6.8 Зафиксировать среднее значение результатов измерений массовой концентрации ртути S_{cp} и относительный размах R , автоматически выводимые на дисплей индикации. Относительный размах не должен превышать 10 %.

6.2.6.9 Рассчитать значения коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром K_i по формуле:

$$K_i = \frac{S_{cp} - S_i^\phi}{S_{cp}} * 100 \quad (\%).$$

6.2.6.10 Результаты проверки считаются положительными, если все значения K_i составляют не менее 98 %.

6.2.7 Определение СКО нулевых показаний.

6.2.7.1 Прodelать подготовительные операции режима «Контроль» и осуществить его запуск согласно п. 2.3.11 РЭ. После измерения нулевого сигнала анализатор автоматически переходит к непрерывному измерению массовой концентрации ртути в воздухе, прокачиваемом через встроенный сорбционный фильтр.

6.2.7.2 Установить рукоятку «Тест» ввода контрольной кюветы в положение «Выкл».

6.2.7.3 Выждать 30 с и зафиксировать 30 последовательных нулевых показаний S_i . Определить СКО нулевых показаний σ_{nn} по формуле:

$$\sigma_{nn} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{30} (\bar{S} - S_i)^2}{29}};$$

$$\text{где } \bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^{30} S_i}{30}$$

6.2.7.4 Результаты проверки считаются положительными, если СКО нулевых показаний не превышает 2 нг/м^3 .

6.3 Определение метрологических характеристик.

Определение основной относительной погрешности проводится путем поочередного пропускания ПГС, получаемых при помощи генератора паров ртути ГПР-1М, соответствующих началу, середине и концу диапазона измерений в следующей последовательности: №№ 1-2-3-2-1-3.

6.3.1 Подключить генератор паров ртути ГПР-1М к источнику постоянного тока (12 В) и подготовить его к работе в соответствии с прилагаемыми эксплуатационными документами.

6.3.2 Установить температуру термостатирования, соответствующую ПГС № 1. Выждать 30 мин для установления температуры термостата.

6.3.3 Установить входной штуцер, входящий в комплект приставки РП-91, во входное отверстие анализатора. Присоединить силиконовую трубку (внутренний диаметр 4 мм) длиной 10 - 20 см ко входному штуцеру.

6.3.4 Установить выходной штуцер, входящий в комплект приставки РП-91, в выходное отверстие анализатора. Соединить выходной штуцер с входным штуцером ротаметра РМ-А-1-0,063 ГУЗ, предварительно закрепленным на штативе приставки РП-91, силиконовой трубкой (внутренний диаметр 4 мм).

6.3.5 Соединить силиконовой трубкой (внутренний диаметр 4 мм) выходной штуцер ротаметра с входным штуцером побудителя расхода воздуха приставки РП-91.

6.3.6 Включить побудитель расхода воздуха приставки РП-91 тумблером «II» и установить по ротаметру РМ-А-1-0,063 ГУЗ при помощи тумблера «I» и вентиля объемный расход воздуха через систему, равный $1 \text{ дм}^3/\text{мин}$, в соответствии с пп. 2.2.4, 2.2.5 Руководства по эксплуатации 952.00.00.00.00.00 РЭ. Поддерживать установленное значение объемного расхода воздуха при выполнении операций согласно пп. 6.3.10 - 6.3.14 настоящего документа.

6.3.7 Проверить герметичность системы, пережав силиконовую трубку у входного штуцера анализатора зажимом, входящим в комплект приставки РП-91, и выполнив п. 6.2.5.2 настоящего документа. Показания ротаметра не должны превышать $0,08 \text{ дм}^3/\text{мин}$. Если герметичность нарушена, проверить состояние силиконовых трубок и уплотнительных колец штуцеров.

6.3.8 Прodelать подготовительные операции режима «Непрерывный» и осуществить его запуск согласно п. 2.4.1.3. РЭ. После измерения нулевого сигнала анализатор автоматически переходит к непрерывному измерению массовой концентрации ртути в воздухе.

6.3.9 Выключить побудитель расхода воздуха анализатора, нажав кнопку «↓» на лицевой панели блока индикации.

6.3.10 Выждать 2 - 3 мин и нажатием кнопки «Ent» на блоке индикации включить протокольный режим (п. 2.4.1.4 РЭ).

6.3.11 Зафиксировать среднее значение результатов измерений массовой концентрации ртути в воздухе S_{cp} и относительный размах трех измерений R , автоматически выводимые на дисплей индикации. Массовая концентрация ртути в воздухе не должна превышать 300 нг/м^3 , а относительный размах R при массовых концентрациях ртути выше 50 нг/м^3 не должен превышать 30 %.

6.3.12 Надеть силиконовую трубку, присоединенную ко входному штуцеру анализатора, на штуцер смесительной камеры ГПР-1М.

6.3.13 Выждать 2 - 3 минуты и нажатием кнопки «Енв» на блоке индикации включить протокольный режим (п. 2.4.1.4 РЭ).

6.3.14 Зафиксировать результаты трех последовательных измерений массовой концентрации ртути S_j и относительный размах R , автоматически выводимые на дисплей индикации. Относительный размах не должен превышать 10 %.

6.3.15 Рассчитать значения массовой концентрации ртути в ПГС по формуле:

$$N_j = S_j - S_{cp}.$$

6.3.16 Определить основную относительную погрешность для каждого значения N_j по формуле:

$$\Delta_{oj} = \frac{N_j - C_{nrc1}}{C_{nrc1}} * 100 \quad (\%),$$

где C_{nrc1} (нг/м^3) – значение концентрации ртути в ПГС № 1 (указано в Свидетельстве о поверке генератора ГПР-1М, нг/м^3).

6.3.17 Снять со штуцера смесительной камеры генератора ГПР-1М силиконовую трубку, присоединенную ко входному штуцеру анализатора.

6.3.18 Повторить операции согласно пп. 6.3.2, 6.3.8 - 6.3.17 настоящего документа для ПГС в следующей последовательности: №№ 2-3-2-1-3.

6.3.19 Результаты проверки считаются положительными, если все значения Δ_o не превышают $\pm 20 \%$.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 По результатам поверки оформляется протокол поверки (приложение 1).

7.2 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94. Анализатор, прошедший поверку с положительными результатами, признается годным и допускается к дальнейшей эксплуатации.

7.3 Отрицательные результаты поверки оформляются извещением о непригодности установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94. Анализатор, не прошедший поверку, к эксплуатации не допускается и направляется в ремонт.

Приложение 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор ртути РА-915⁺

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Изготовитель ООО «ЛЮМЭКС»

Принадлежит _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С

атмосферное давление _____ кПа

относительная влажность _____ %

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты определения характеристик приведены в таблице.

№	Наименование характеристики	Допускаемое значение	Значение, полученное при поверке
1	2	3	4
1	Относительное отклонение R измеренного контрольного числа от табличного значения	не более 20 %	
2	Объемный расход воздуха на входе газовой системы	не менее 15 дм ³ /мин	
3	Объемный расход воздуха на выходе газовой системы при перекрытом входе	не более 0,3 дм ³ /мин	
4	Коэффициент поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром	не менее 98 %	
5	СКО нулевых показаний анализатора	не более 2 нг/м ³	
6	Основная относительная погрешность	ПГС № 1	не более 20 %
		ПГС № 2	не более 20 %
		ПГС № 3	не более 20 %
		ПГС № 2	не более 20 %
		ПГС № 1	не более 20 %
		ПГС № 3	не более 20 %

Заключение: _____ (годен, не годен)

Поверитель _____ (подпись)