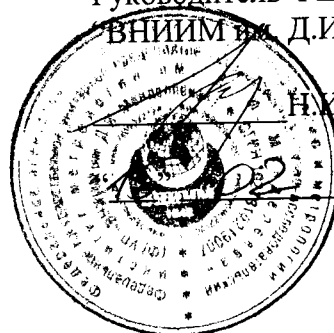


УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
"ВНИИМ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА"



Н.М.Ханов

2013 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОР ГАЗОВ И ЖИДКОСТЕЙ  
АГЖЦ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1510-2013

Руководитель научно-исследовательского  
отдела госэталонов в области физико-  
химических измерений

Л.А.Конопелько

Научный сотрудник

Н.Б.Шор

Санкт-Петербург  
2013 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

Общие сведения.....	3
1. Операции поверки.....	3
2. Средства поверки.....	4
3. Требования безопасности.....	6
4. Условия поверки.....	7
5. Подготовка к поверке.....	7
6. Проведение поверки.....	8
7. Оформление результатов поверки.....	13
Приложение А. Метрологические характеристики анализатора АГЖЦ.....	14
Приложение Б. Подготовка анализатора к определению относительной погрешности поэлементным методом	15
Приложение В. Поверочные газовые смеси, используемые при поверке .....	17
Протокол поверки (образец).....	18

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы газов и жидкостей АГЖЦ (в дальнейшем – анализаторы), предназначенные для измерения массовой концентрации или массовой доли серосодержащих компонентов в газах и жидкостях, приведенных в приложении 1, и устанавливает методику их первичной поверки при выпуске из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

Преобразователи ИЛ, которые являются сменными элементами анализатора, подлежат первичной выборочной поверке.

Поверке подвергается 5 % от каждой партии преобразователей ИЛ.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.

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

Таблица 1.1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта	Обязательность проведения операций	
			При первичной поверке	При периодической поверке
1.	Внешний осмотр	6.1.	да	да
2.	Опробование	6.2.	да	да
2.1	Проверка герметичности	6.2.1	да	да
2.2	Проверка нулевых показаний	6.2.2	да	да
2.3	Проверка чувствительности	6.2.3	да	да
2.4.	Проверка расхода	6.2.4	да	да
2.5.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.5	да	нет
3.	Определение метрологических характеристик	6.3.		
3.1	Определение относительной погрешности по газовым смесям	6.3.1	да	да*
	по стандартным образцам состава растворов **	6.3.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик преобразователей ИЛ			
4.1	Определение относительной погрешности преобразования ИЛ***	6.4.1	да	нет

Примечание: 1. \* проводится для модификации анализатора на диоксид серы.

2. \*\* проводится для модификаций анализатора на сероводород и меркаптаны (в пересчете на серу).

3. \*\*\*определение проводится для партии преобразователей ИЛ, поставляемых отдельно от прибора.

1.2. Если при проведении той или иной операции получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться средства, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.3.1	Стандартные образцы состава газовые смеси: $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ ГСО 4281-88 по ТУ 6-16-2956-92, объемная доля $(500 \pm 50)$ млн <sup>-1</sup> , пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 4 \%$ (в баллоне под давлением)
6.3.1	Стандартные образцы состава газовые смеси: $\text{SO}_2/\text{N}_2$ ГСО 4036-87 по ТУ 6-16-2956-92, объемная доля $(920 \pm 100)$ млн <sup>-1</sup> , пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 4 \%$ (в баллоне под давлением)
6.3.1	Генератор термодиффузионный ТДГ-01 по ШДЕК.418319.001 ТУ (№ 19454-05 в Госреестре РФ) в комплекте с источниками микропотоков ИМ этилмеркаптана по ИБЯЛ.418319.013 ТУ (№ 15075-09 в Госреестре РФ), Диапазон концентраций от 0,05 до 300 мг/м <sup>3</sup> (при использовании 3-х экз ИМ), пределы допускаемой относительной погрешности генератора $\pm (8 - 5)$
6.3.2	Стандартный образец состава раствора сульфид-ионов ГСО 9728-2010, номинальное значение массовой концентрации сульфид-ионов составляет 1,04 мг/см <sup>3</sup> , относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1 \%$ (при $P = 0,95$ )
6.3.2	Стандартный образец состава раствора этилмеркаптана (в пересчете на серу) ГСО 9430-2009) номинальное значение массовой концентрации меркаптановой серы составляет 1,00 мг/см <sup>3</sup> , относительная погрешность аттестованного значения $\pm 3 \%$ (при $P = 0,95$ )
6.4	Спектрофотометр Specord 30 фирмы «Analytik Jena AG», Германия, (№ 23829-02 в Госреестре РФ), спектральный диапазон от 300 до 1100 нм, диапазон измерений коэффициента пропускания от 0,1 до 100 %, оптической плотности от 0 до 3,0 В; пределы абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении коэффициента направленного пропускания $\pm (0,5 - 1,0) \%$ .
6.2.4, 6.4	Секундомер типа СОП ПР-2а-3-000 ТУ 25-07.1894.003-90; класс точности 3

Номер пункта НТД по поверке	Наименование основного и вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.3, 6.4	Аспиратор АМ-5 ТУ12.43.01.166-86, номинальный объем воздуха 100 см <sup>3</sup> , погрешность $\pm 5\%$ Бумага фильтровальная ГОСТ 12026-76; Шприц хроматографический МШ-1М ТУ 2. 833.105, объем (0,9 – 1,1) мкл, погрешность $\pm 2\%$ Ротаметр РМ-004 ГУЗ ГОСТ 13045 –81, верхний предел измерений 0,67 дм <sup>3</sup> /мин, погрешность $\pm 2,5\%$ Пипетки 2-2-1, 4-2-10, 4-2-5 ГОСТ 1770-74; Колбы мерные 2-500-2 ГОСТ 25336-82; Стакан В-1-400 ТС ГОСТ 25336-82; Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72
6.3- 6.4	Термометр лабораторный по ГОСТ 28498-90, диапазон температур от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С; Психрометр аспирационный М34 ТУ 25-1607.054-85, диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус10 до 30 °С; Барометр-анероид БАММ-1 ТУ 25011.1513.-79, диапазон измеряемого атмосферного давления от 610 до 790 мм рт.ст., предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт.ст., диапазон рабочих температур от 10 до 50 °С

2.2. Средства поверки, приведенные в пункте 2.1, должны иметь действующие свидетельства о поверке.

2.3. Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

3.1. Помещение, в котором проводится поверка должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2. При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться требования ГОСТ 949–73 и «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором.

3.3. Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляют:

для  $\text{H}_2\text{S}$  –  $10 \text{ мг/м}^3$  ( $3 \text{ мг/м}^3$  – в присутствии углеводородов);

для  $\text{SO}_2$  –  $10 \text{ мг/м}^3$ ;

для этилмеркаптана –  $1 \text{ мг/м}^3$ .

3.5. Применяемые при поверке ИМ должны храниться и использоваться в соответствии с указаниями, приведенными в паспорте.

3.6. При проведении работ необходимо руководствоваться правилами безопасности, изложенными в действующих стандартах системы безопасности труда, инструкциями по технике безопасности, действующими на данном предприятии.

#### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды  $(293 \pm 5)$  К;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

#### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) анализаторы и генератор газовых смесей должны быть подготовлены к работе в соответствии с их руководством по эксплуатации;
- 2) пригодность средств поверки, ГСО-ПГС и источников микропотоков ИМ должна быть подтверждена свидетельствами о поверке и паспортами на ГСО-ПГС;
- 3) баллоны с ГСО-ПГС должны быть выдержаны при температуре помещения, где проводится поверка  $(20 \pm 5)$  °С:
  - баллоны вместимостью 40 л - 16 ч;
  - баллоны меньшей вместимости - 8 ч;
- 4) источники микропотоков должны быть выдержаны в термостате генератора диффузионного типа не менее 3 ч (при включенном генераторе).

5.2. Все работы с поверяемым анализатором проводятся согласно руководству по эксплуатации ШДЕК 413322.001 РЭ.

5.3. Подготовка анализатора к определению относительной погрешности проводится в соответствии с приложением Б.

5.4. При необходимости проводят пересчет объемной доли компонента в ПГС в массовую концентрацию (или наоборот).

Значение массовой концентрации компонента в  $\text{мг/м}^3$  при температуре 20 °С и 760 мм рт.ст. в смесях с азотом или воздухом получаются при умножении значения объемной доли компонента в ppm на коэффициент, равный: 1,42 - для  $\text{H}_2\text{S}$ ; 2,66 - для  $\text{SO}_2$ , 2,58 - для этилмеркаптана.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие прибора следующим требованиям:

- маркировка прибора и комплектность должны соответствовать требованиям руководства по эксплуатации;
- прибор не должен иметь внешних дефектов (неисправных переключателей, разъемов, наличия механических повреждений и загрязнений), влияющих на нормальную работу прибора.

При проведении внешнего осмотра проверяется:

- паспорта на шприцы хроматографические МШ - 1М и МШ - 10М, характеристики которых должны соответствовать ТУ 2.833.106;
- квалификация и ГОСТ применяемой уксусной кислоты.

Прибор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям;

характеристики шприцов хроматографических МШ - 1М и МШ - 10М соответствуют ТУ 2.833.106,

кислота уксусная ледяная соответствует квалификации «хч» по ГОСТ 61-75.

### 6.2. Опробование

При опробовании проводятся следующие операции:

#### 6.2.1. Проверка герметичности

Проверка герметичности проводится следующим образом.

Входной штуцер анализатора закрывают заглушкой. В фотометрическую ячейку помещают ИЛ и плотно поджимают ручкой. К выходному штуцеру анализатора подсоединяют при помощи резинового шланга и соединительной стеклянной трубки аспиратор АМ - 5 и прокачивают воздух в объеме, равном  $100 \text{ см}^3$ .

Прибор считается герметичным, если время прокачивания  $100 \text{ см}^3$  воздуха не менее 100 с.

#### 6.2.2. Проверка нулевых показаний

Индикаторную ленту вынимают и заменяют черной непрозрачной бумагой. Через 1 мин показания анализатора ( $K_{\text{пр}}$ ) должны быть в пределах  $\pm 1\%$ .

#### 6.2.3. Проверка чувствительности

Проверку чувствительности проводят с индикаторной лентой, используемой с данным анализатором.



Для проверки чувствительности в анализатор устанавливают ИЛ длиной (10-15) см и контролируют по дисплею возможность установления значения 100 % (коэффициент пропускания) в соответствии с п.2.4 ШДЕК 413322.001 РЭ.

Проверка считается удовлетворительной, если возможно установление  $K_{пр}$ , равного  $(100 \pm 2) \%$  по всей длине ИЛ.

#### 6.2.4. Проверка расхода

Проверка расхода воздуха проводится при помощи ротаметра, подключенного на вход анализатора. На выходе анализатора находится компрессор или эжектор, подключенный к линии сжатого воздуха.

Проверка считается удовлетворительной, если расход воздуха находится в диапазоне от 0,15 до 0,25 дм<sup>3</sup>/мин.

#### 6.2.5 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО).

Идентификационные данные определяются при подключении питания анализатора путем вывода на экран версии программного обеспечения в течение 3 с (во время режима «Запуск»).

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа средства измерений.

#### 6.3. Определение относительной погрешности анализатора

Определение относительной погрешности модификаций анализатора, используемых для определения компонентов в газовых средах, проводят с использованием поверочных газовых смесей (ПГС) и стандартных образцов (СО) растворов.

Определение относительной погрешности модификаций анализатора, используемых для определения компонентов в жидкостях, проводят с использованием стандартных образцов (СО) растворов.

##### 6.3.1. Определение относительной погрешности анализатора по ПГС

Определение относительной погрешности анализатора по ПГС проводят с использованием ПГС сероводорода в азоте, диоксида серы в азоте, этилмеркаптана в азоте с концентрациями, приведенными в приложении В.

Отбор ПГС при помощи шприца и измерение проводят в соответствии с п.2.4 ШДЕК 413322.001 РЭ.

Число измерений – не менее 3-х.

После выхода на режим проводят отсчет показаний (массовую концентрацию) по дисплею анализатора.

Значение относительной погрешности ( $\delta$  в %) в каждой точке проверки рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{C_i - C_d}{C_d} * 100, \quad (1)$$

где  $C_i$  -  $i$ -ое значение концентрации компонента, измеренное анализатором, мг/м<sup>3</sup>;

$C_d$  - действительное значение концентрации измеряемого компонента в ПГС, мг/м<sup>3</sup>.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если полученные значения относительной погрешности не превышают  $\pm 20$  %.

6.3.2. Определение относительной погрешности анализатора с использованием стандартных образцов (СО) растворов

Определение погрешности проводят с использованием:

- стандартного образца состава раствора сульфид-ионов ГСО 9728-2010, номинальное значение массовой концентрации сульфид-ионов составляет 1,04 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность аттестованного значения  $\pm 1$  % (при  $P = 0,95$ );

- стандартного образца состава раствора этилмеркаптана (в пересчете на серу) ГСО 9430-2009) номинальное значение массовой концентрации меркаптановой серы составляет 1,00 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность аттестованного значения  $\pm 3$  % (при  $P = 0,95$ ).

6.3.2.1. При определении проводят следующие операции:

- 1) Проводят подготовку к определению относительной погрешности анализатора в комплекте с ИЛ в соответствии с приложением Б.

- 2) Проводят проверку нулевых показаний и чувствительности в соответствии с п.п. 2.4.1 - 2.4.3 ШДЕК 413322.001 РЭ.

Для проверки чувствительности в фотометрическую ячейку анализатора помещают преобразователь ИЛ и поджигают. При этом показания  $K_{пр}$  должны установиться на уровне 100%. Через 5 мин значение  $K_{пр}$  не должно измениться более чем на  $\pm 2$  %.

Индикаторную ленту вынимают и заменяют чёрной непрозрачной бумагой. Через 1 мин значение  $K_{пр}$  должно установиться на ноль в пределах  $\pm 1$  %.

- 3) Вводят в анализатор раствор стандартного образца (СО) сульфид-ионов или меркаптановой серы (этилмеркаптана в пересчете на серу) в соответствии с Приложением Б.

- 4) После введения каждой пробы СО проводят отсчет показаний ( $m$ ) по дисплею.

- 5) Проводят операции по п.п. 6.3.2.1.2) – 6.3.2.1.4) не менее 3-х раз ( $n = 3$ ).
- 6) Относительную погрешность анализатора ( $\delta$  в %) рассчитывают по формуле:

$$\delta_{\sigma} = \frac{\bar{m} - m_{\text{д}}}{m_{\text{д}}} \cdot 100 \quad (2)$$

где  $m_{\text{д}}$  - действительное значение массы сероводорода или меркаптановой серы в пробе стандартного образца, равное  $1,0 \cdot 10^{-3}$  мг (для сероводорода) или  $6,0 \cdot 10^{-4}$  мг (для меркаптановой серы);

$\bar{m}$  - среднее арифметическое трех полученных значений массы ( $m_i$ ), мг.

Примечание: при выполнении условия отклонения  $m_i$  от среднего арифметического значения, приведенного в ШДЕК 413322.001 РЭ.

$$|m_i - \bar{m}| \leq 0,3 \cdot \bar{m} \quad (3)$$

Результат наблюдений, не соответствующий данному выражению, считается ошибочным, и измерение повторяют.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если полученные значения относительной погрешности не превышают  $\pm 20$  %.

#### 6.4. Определение относительной погрешности преобразования ИЛ

6.4.1. Определение относительной погрешности преобразования ИЛ проводится с использованием поверочных газовых смесей (ПГС) ПГС сероводорода в азоте, диоксида серы в азоте, этилмеркаптана в азоте с концентрациями, приведенными в приложении В.

Отбор ПГС при помощи шприца и измерение проводят в соответствии с разделом 2.4 ШДЕК 413322.001 РЭ.

Число измерений – не менее 3-х.

После воздействия на ИЛ определяемого веществ, приводящее к изменению ее окраски, проводят измерение оптической плотности при помощи - спектрофотометра Specord 30 фирмы «Analytik Jena AG» при длине волны  $(500 \pm 5)$  нм, для которой пропускание максимально соответствует поглощению окрашенных ИЛ.

6.4.2. Проводят подготовку к работе приборов АГЖЦ и Specord 30 в соответствии с НД на эти средства измерения.

Для проведения определения из каждой партии ИЛ произвольно отрезают по 10 -15 см свежеприготовленной ленты ( для каждого исполнения ИЛ), число отрезков – не менее 5.

6.4.3. Помещают индикаторную ленту ИЛ в световой поток спектрофотометра и измеряют коэффициент пропускания в соответствии с РЭ на него.

6.4.4. Затем устанавливают ИЛ в анализатор АГЖЦ и подают на нее ПГС при помощи шприца в соответствии с разделом 2.4. (Приложение Б) ШДЕК 413322.001 РЭ.

Объемы подаваемой пробы ПГС приведены в приложении В . Масса вещества в пробах ПГС должна соответствовать 10 %, 50 % и 90 % диапазона преобразования ИЛ (см. номинальную функцию преобразования – приложение Г) с допуском отклонением  $\pm 10 \%$ .

6.4.5. Помещают ИЛ после экспонирования на АГЖЦ (не позднее 10 с) в спектрофотометр так, чтобы узкий световой луч находился в центре, и проводят измерение оптической плотности ИЛ.

Число измерений для каждой ПГС – не менее 10 (для каждого отрезка ИЛ).

6.4.6. Определяют массу вещества в пробе ПГС ( $M_i$ ) по градуировочной зависимости коэффициента пропускания (или изменения оптической плотности  $\Delta D$ ) спектрофотометра от массы вещества, приведенной в приложении Г.

Рассчитывают среднее квадратическое отклонение ( $S_0$  в %) по формуле (4) для 10-ти значений ( $M_i$ )

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{m}_{ii}} \quad (4)$$

СКО ( $S_0$ ) не должно превышать 3 %.

6.4.7. Относительную погрешность преобразования ИЛ ( $\delta_{ил}$  в %) рассчитывают по формуле:

$$\delta_{ил} = \frac{\bar{M} - M_d}{M_d} \cdot 100 \quad (5)$$

где  $\bar{M}$  -среднее арифметическое полученных значений массы ( $M_i$ ), мг;

$M_d$  - действительное значение массы определяемого вещества в пробе ПГС, мг, рассчитанное по формуле

$$M_d = C \cdot V \cdot 10^{-3} \quad (6)$$

Где  $C$  – массовая концентрация вещества в ПГС,  $\text{мг/м}^3$ , приведенное в паспорте;

$V$  – объем пробы ПГС,  $\text{дм}^3$ .

Относительная погрешность преобразования ИЛ не должна превышать  $\pm 10 \%$ .

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.

7.1. При проведении поверки должен составляться протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие анализатора предъявляемым к нему требованиям. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Д.

7.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством установленной форме.

7.4. При отрицательных результатах поверки выпуск в обращение и применение анализатора запрещается и выдается извещение о непригодности.

## Метрологические характеристики анализатора АГЖЦ

Таблица.А1

Определяемый компонент (ПДК <sub>в.р.з.</sub> , мг/м <sup>3</sup> )	Модификация	Диапазон измерений		Анализируемая среда	Назначение
		массовой концентрации, мг/м <sup>3</sup>	массовой доли, % (объемной доли, млн <sup>-1</sup> )		
1	2	3	4	6	7
Сероводород H <sub>2</sub> S (10*/3**)	АГЖЦ	0,5 – 4 · 10 <sup>4</sup>	-	Газы нефте-, газопереработки, природный газ, воздух рабочей зоны	Т, К
	АГЖЦ-1	50 – 1 · 10 <sup>5</sup>	-		Т
	АГЖЦ-2	0,02– 4 · 10 <sup>3</sup>	-		Т, К
Меркаптаны ( в пересчете на серу) ***	АГЖЦ	0,5 – 2 · 10 <sup>4</sup>	-	- « -	Т, К
	АГЖЦ-2	0,10–4 · 10 <sup>3</sup>	-		
Диоксид серы SO <sub>2</sub> (10)*	АГЖЦ	5 – 5 · 10 <sup>2</sup>	-	- « -	Т, К
	АГЖЦ-1	100 – 5 · 10 <sup>5</sup>	-	- « -	Т
Сероводород H <sub>2</sub> S	АГЖЦ АГЖЦ-1	-	4 · 10 <sup>-6</sup> - 5 · 10 <sup>-2</sup> (0,04–500 млн <sup>-1</sup> )	Нефть	Т
		-	1 · 10 <sup>-2</sup> - · 10	Водный раствор моноэтаноламина	
		-	1 · 10 <sup>-4</sup> - 1,0	Оборотная и дренажная вода	Т
Сероводород H <sub>2</sub> S	АГЖЦ	0,5 – 4 · 10 <sup>4</sup>	0,4 – 28000 млн <sup>-1</sup> (об.)	Топлива остаточные нефтяные ****	Т
Микропримеси серы	АГЖЦ	-	5 · 10 <sup>-6</sup> – 2,5 · 10 <sup>-2</sup>	Светлые нефтепродукты	Т

## Примечания:

1.\* - ПДК – предельно допустимая концентрация вредного вещества в воздухе рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88 (максимальная ПДК).

\*\* - ПДК H<sub>2</sub>S в воздухе рабочей зоны в смеси с углеводородами C<sub>1</sub> – C<sub>5</sub>.

\*\*\* - Меркаптаны – сумма метилмеркаптана и этилмеркаптана.

\*\*\*\*- Топлива остаточные нефтяные в соответствии с ГОСТ Р 54286-2010.

2. Определение сероводорода, диоксида серы и меркаптанов проводится при их совместном присутствии.

3. В графе «Назначение» указаны: Т- технологический контроль; К – контроль ПДК воздуха рабочей зоны.

Подготовка анализатора к определению относительной погрешности  
с использованием стандартных образцов

1. Подготовка к определению относительной погрешности анализатора в комплекте с ИЛ

При подготовке к определению относительной погрешности анализатора в комплекте с ИЛ проводят следующие операции:

- приготовление раствора уксусной кислоты -

в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> вносят при помощи пипетки (5,0±0,1) мл уксусной кислоты ледяной квалификации х.ч. по ГОСТ 61-75 и содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение месяца.

- сборка газовой схемы -

В соответствии с рис. Б1-1 Приложения Б ШДЕК 413322.001 РЭ с помощью силиконовых шлангов ко входному штуцеру анализатора (2) подключают жидкостной поглотитель (1) с ( 5±0,5 ) см<sup>3</sup> 1 % раствора уксусной кислоты. К выходному штуцеру анализатора подключают последовательно ротаметр (3) и побудитель расхода воздуха (7) (эжектор, водоструйный насос, аспиратор).

При работе с этилмеркаптаном между поглотителем и оптическим блоком вставляется патрон ФЛ - H<sub>2</sub>S.

2. Операции при вводе в анализатор растворов стандартных образцов (СО)

В анализаторе закрепляют преобразователь ИЛ-H<sub>2</sub>S или ИЛ-ЭМ из партий, прошедших приемо-сдаточные испытания, устанавливают расход воздуха в системе (0,15-0,25) дм<sup>3</sup>/мин при помощи ротаметра.

Непосредственно перед измерениями вскрывают ампулу с раствором стандартного образца (СО) сульфид-ионов или меркаптановой серы (этилмеркаптана в пересчете на серу).

При использовании ИЛ-H<sub>2</sub>S на вход жидкостного поглотителя (см. рис. Б1-1 Приложения Б ШДЕК 413322.001 РЭ) при помощи микрошприца МШ - 1м вводят 1,0 мкл СО раствора сульфид-ионов.

После ввода раствора сульфид-ионов с помощью капельной пипетки добавляют (0,05 - 0,1) см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты, пропускают воздух в течение 2 - 3 мин, после чего отсоединяют поглотитель и продолжают пропускание воздуха еще в течение 1 мин для подсушки ИЛ.

При использовании ИЛ-ЭМ в поглотитель микрошприцом МШ - 1м вводят 0,6 мкл СО раствора меркаптановой серы, прокалывая шланг между жидкостным поглотителем, заполненным 5 мл этанола, и патроном с ФЛ -  $\text{H}_2\text{S}$  (см. рис.Б1). Объемный расход воздуха в системе должен быть 0,15 – 0,25  $\text{дм}^3/\text{мин}$ .



## Приложение В

Перечень ПГС, используемых при определении  
относительной погрешности анализаторов и ИЛ

№ п/п	Определяе мый компонент	Содержание определяемого компонента в ПГС и допус- каемое отклонение,		Объем ПГС, отбираемый на анализ, см <sup>3</sup>	Источник получения ПГС
		объемная доля, млн <sup>-1</sup> (ppm)	массовая концентра- ция		
1.	Сероводо- род (H <sub>2</sub> S)	500 ± 50	710 ± 71	1; 2; 5; 7; 10; 12	ГСО-ПГС состава H <sub>2</sub> S/N <sub>2</sub> в баллоне под давлением № 4281-88 по ТУ 6-16-2956-92
2.	Диоксид серы (SO <sub>2</sub> )	920 ± 100	2447 ± 245	1; 2; 5; 7; 10	ГСО-ПГС состава SO <sub>2</sub> /N <sub>2</sub> в баллоне под давлением № 4036-87 по ТУ 6-16-2956-92
3.	Этилмер- каптан (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH)	150 ± 15	60 ± 6	1; 2; 5; 7; 10	Генератор термодиффу- зионный ТДГ-01 по ШДЕК.418319.001 ТУ в комплекте с источниками микропотоков ИМ этил- меркаптана по ИБЯЛ.418319.013 ТУ

Анализатор \_\_\_\_\_  
Зав. N \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Дата поверки \_\_\_\_\_  
Условия поверки: температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ К;  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_  
2. Результаты опробования \_\_\_\_\_  
Результаты определения основной погрешности \_\_\_\_\_

Определяемый компонент (модификация анализатора)	Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup>	Предел допускаемой относительной погрешности		Максимальное значение относительной погрешности	

## 6. Заключение

Поверитель \_\_\_\_\_  
(подпись)