

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

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



Пронин А.Н.


“ 08 ” апреля 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ ПРОМЫШЛЕННЫЕ «МЕРС»

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 243-0005-2019**

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


_____ А.И. Крылов

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


_____ И.Б. Максакова

Санкт-Петербург
2019

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути промышленные «MERC», (далее - анализаторы), и устанавливает методы их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Поверка обеспечит прослеживаемость анализатора к государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ-154. 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, обеспечивающие 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.

Примечание — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание и последовательность выполнения работ по поверке анализаторов должны соответствовать пунктам таблицы 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций	
		при первичной проверке	при периодической
Внешний осмотр	7	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения	9	да	да
Подготовка к поверке и опробование	8	да	да
Проверка объемного расхода воздуха на входе	8.4.1	да	да
Проверка герметичности газового тракта	8.4.2	да	да
Определение эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром	8.5	да	да
Определение метрологических характеристик :	10	да	да

Определение СКО	10.1		
Определение относительной погрешности анализаторов	10.2		

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

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	±6

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).

4 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.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 3

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
8.1	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
8.5.1	Ротаметр любого типа с диапазоном объемного расхода до 10 л/мин, с допускаемой погрешностью не хуже ± 5 %, например по ТУ 4213-002-

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
	48318935-99
8.5.2	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.
10	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.
<i>*Допускается использование нескольких ИМ одновременно для получения требуемой производительности</i>	

5.2 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, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью, вспомогательное оборудование и материалы – обладающими аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

6 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.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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 1.8 «Маркировка» руководства по эксплуатации РЭ КС 50.680-000;

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

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации анализатора РЭ КС 50.680-000 и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

8.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 3.

8.3 Подготавливают анализатор к работе в соответствии с РЭ и включают его и прогревают анализатор в течение 30 мин.

ПРИМЕЧАНИЕ: Для проведения поверки необходимо подключение к настройкам MERC через Lumex Observer. Пример подключения через удаленный рабочий стол приводится ниже:

Компьютер с помощью Ethernet-кабеля подключить к микро PC MERC




Нажать Connect (2 раза)



Пользователь administrator


Пароль ****


(На PC должен появиться экран аналогичный дисплею MERC)

Для доступа к настройкам нажать  и ввести пароль ****

8.4 Опробование

Нажимают , входят во вкладку параметров *Контроль окна параметров анализатора*, запоминают параметры V мин, л/мин и Давление в аналитической кювете мин, кПа (после проведения поверки необходимо вернуть старые значения). 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.

8.4.1 Проверка объемного расхода воздуха на выходе анализатора

К входному отверстию анализатора подключают при помощи силиконовой трубки ротаметр и регистрируют объемный расход воздуха по показаниям ротаметра.

Результаты проверки объемного расхода воздуха на выходе анализатора считают положительными, если объемный расход воздуха составляет не менее 4,0 дм³/мин.

8.4.2 Проверка герметичности газового тракта

Подготавливают анализатор к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации и включают прокачку газа через аналитическую кювету. Регистрируют показание P_1 , кПа, встроенного датчика давления анализатора.

На входной газовой штуцер анализатора надевают силиконовую трубку, пережимают ее зажимом и через 15 с снова регистрируют показание P_2 , кПа, встроенного датчика давления в аналитической кювете анализатора.

Результаты проверки герметичности газового тракта считают положительными при условии $\Delta P > 30$ кПа, где $\Delta P = P_1 - P_2$.

8.5 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 с массовой концентрацией ртути, соответствующей первой трети диапазона измерений до фильтра и после фильтра п.10.1.

Рассчитывают значение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром K_f , %, по формуле:

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

где

$\bar{C}_{изм}$ - значение массовой концентрации ртути в ПГС нг/м³;


C_ϕ - значение массовой концентрации ртути в ПГС после сорбционного фильтра, нг/м³.

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

9 ПРОВЕРКА СООТВЕТСТВИЯ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1 Проверка соответствия программного обеспечения Lumex Observer для версии без экрана на анализаторе.


Подключить Ethernet кабель к плате микро РС (может потребоваться открыть крышку анализатора, если кабель не выведен). Включить анализатор в соответствии с РЭ. Подключиться к анализатору с помощью РС через удаленный рабочий стол (IP 10.230.200.100). Ввести имя пользователя и пароль. На дисплее РС появляется главное

меню программы Lumex Observer. Нажать  и ввести пароль. Дождаться завершения процесса автотестирования (около 10 мин) и перехода анализатора в режим измерений (индикатор Статус: Работа)

Нажать кнопку , и во вкладке **Параметры** нажать кнопку [i]. Появится окошко с информацией о ПО.

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

9.2 Проверка соответствия программного обеспечения Lumex Observer для версии с встроенным монитором

Включить анализатор в соответствии с РЭ. На мониторе появляется главное меню программы Lumex Observer. Нажать  и ввести пароль. Дождаться завершения процесса автотестирования (около 10 мин) и перехода анализатора в режим измерений (индикатор Статус: Работа)

Нажать кнопку , и во вкладке **Параметры** нажать кнопку [i]. Появится окошко с информацией о ПО.

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

9.3 Проверка соответствия программного обеспечения «Х-метр»

Идентификацию программного обеспечения проводят с помощью экранной формы «О программе» ПО «Х-метр». Открытие этой экранной формы осуществляют из основного рабочего окна ПО с помощью вызова пункта меню «Помощь\О программе». В верхней части диалогового окна «О программе» отображается версия программного обеспечения, а также информация о компании-изготовителе. В нижней таблице выводится описание подключенного прибора: Модель прибора, серийный номер, версия встроенной программы, перечень CRC-кодов контролируемых программ встроенного ПО и интегральная сумма прибора.

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

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Проверка нижней границы диапазона измерений

Подготавливают анализатор к работе. К газовому входу подсоединяют сорбционный фильтр, поглощающий ртуть. Регистрируют нулевые сигналы анализатора в течение 30 измерительных циклов и вычисляют СКО выходного сигнала (S_0 , нг/м^3). Оценивают предел обнаружения ртути (ПО) как $3 \cdot S_0$, а нижнюю границу диапазона измерений (C_{\min}) - как удвоенный предел обнаружения.

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

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 1 - 1,0 нг/м³, для исполнения 2 - 10 нг/м³.

10.2 Определение СКО и 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 дм³/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/м³) для исполнения 1 и 2. 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/м³ и среднеквадратическое отклонение S_{Hg} по формуле:

$$S_{Hg} = \sqrt{\frac{\sum (C_i - C_{cp})^2}{n - 1}} \quad (4)$$

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

Рассчитывают действительное значение массовой концентрации паров ртути, $C_{Hg,д}$, нг/м³

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

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:

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

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 значения $\pm \left(\frac{0,3}{C} + 0,2 \right) \cdot 100$ для исполнения 1 и $\pm \left(\frac{2,0}{C} + 0,2 \right) \cdot 100$ для исполнения 2.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

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

11.3 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

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. 10.2), 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 анализатора соответствуют значениям $\pm\left(\frac{0,3}{C} + 0,2\right) \cdot 100$ для исполнения 1 и $\pm\left(\frac{2,0}{C} + 0,2\right) \cdot 100$ для исполнения 2, где С – измеренная массовая концентрация

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

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

Поверитель: _____