

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



Ханов Н.И.
29 октября 2015 г.

АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ В ПРИРОДНОМ ГАЗЕ АРПГ-1

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1963-2015

и.р. 64083-16

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


Д.А. Конопелько

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


И.Б. Максакова

САНКТ - ПЕТЕРБУРГ

2015

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	3
3	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
4	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	5
5	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
6	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	5
6.1	Внешний осмотр	5
6.2	Опробование.	
	Подтверждение соответствия ПО	5
6.3	Проверка герметичности газовоздушного тракта	6
6.4	Проверка объемного расхода газа	6
6.5	Проверка времени установления рабочего режима анализатора	6
6.6	Определение относительной погрешности анализатора	7
7	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	Приложение А (обязательное)	
	Форма протокола поверки	9

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути в природном газе АРПГ-1 (ТУ 4317-012-41987679-15), предназначенных для измерения содержания общей ртути в природном газе, бытовом газе, а также в других горючих углеводородных газах и их смесях, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками– 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1.

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций	
			Первичная поверка	Периодическая поверка
1	1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2	2. Опробование. Подтверждение соответствия ПО	6.2	Да	Да
3	3. Проверка герметичности газовоздушного тракта	6.3	Да	Да
4	4. Проверка объёмного расхода газа	6.4	Да	Да
5	5. Проверка времени установления рабочего режима анализатора	6.5	Да	Да
6	6. Определение относительной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации ртути в газе в рабочем диапазоне измерений	6.6	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки анализатора применяются эталонные средства измерений, вспомогательные устройства и материалы, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Номер пункта МП	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.6	Рабочий эталон 1-го разряда-генератор газовых смесей ГГС модификация ГГС-Т по ШДЕК.418313.009-2010
6.6	Источник микропотока ртути (ИМ-Hg) 1-го разряда по ШДЕК 418319.010-2014 ТУ с относительной погрешностью не более $\pm 6 \%$, регистрационный номер 60554-15
6.6	Вентиль тонкой регулировки расход газа, например, натекатель Н-12 по ТУ 3742-004-533-73-468-2006
6.6	Метан с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87
4.1	Барометр-анероид БАММ-1 ТУ25-11.1513-79, диапазон измеряемого давления от 80 до 106 кПа, пределы абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа
4.1	Термогигрометр ИВА-6Н ТУ 4311-011-18513042-99, диапазон измерений относительной влажности воздуха от 0 до 98 %, пределы абсолютной погрешности $\pm 3 \%$; диапазон измерений температуры воздуха от 0 до $+50$ °С, пределы абсолютной погрешности $-1 \dots +2$ °С
6.3	Мановакуумметр ГОСТ 9933-75, диапазон измерения от -2600 до $+2600$ Па, пределы основной абсолютной погрешности ± 20 Па
6.4	Счетчик газовый ГСБ-400 ТУ 25-04-2261-75, диапазон измерений от 0,02 до 0,6 м ³ /ч, основная относительная погрешность $\pm 1 \%$
6.3, 6.4	Секундомер механический ТУ 25-1894.003-90, диапазоны измерений: 0-60 с, 0-60 мин; пределы основной абсолютной погрешности $\pm 1,8$ с
6.3	Трубка ПВХ диаметром 4 мм ТУ 64-289-79
6.3	Груша резиновая
6.3	Зажим медицинский
6.3	Тройник
3.2	Ртутепоглотительный фильтр ФРП-1
3.2	Вытяжной шкаф

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При поверке следует соблюдать требования техники безопасности, установленные в эксплуатационной документации на анализатор и средства поверки.

3.2 Сброс воздуха из выходного штуцера анализатора должен производиться в вытяжное устройство или на специальный ртутепоглощающий фильтр (в положении «на выход»).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа 84–106;
- напряжение питания анализатора, В $12,0 \pm 0,5$;
- механические воздействия, наличие пыли, агрессивных компонентов и дыма в окружающем воздухе, внешние электрические и магнитные поля (кроме естественного поля Земли) должны быть исключены.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготовка всех средств поверки и работа с ними должны выполняться в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5.2 Перед поверкой анализатор следует выдерживать в условиях проведения поверки не менее 2 часов.

После включения и прохождения цикла автотестирования необходимо прогреть прибор в течение 10 минут.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре анализатора должно быть установлено:

- комплектность анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией;
- четкость всех надписей на лицевой панели и соответствие маркировки паспорту анализатора;
- отсутствие загрязнений и повреждений корпуса (вмятин, трещин, коррозии и других дефектов), влияющих на работу анализатора;
- наличие и прочность крепления органов управления и коммуникаций;
- наличие и чистота пылеулавливающих фильтров (фильтров Петрянова).

6.2 Опробование. Подтверждение соответствия ПО

6.2.1 После включения после прохождения цикла самотестирования на графическом дисплее отображается номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения.

6.2.2 В цикле самотестирования происходит тест прокачки и отображение всех коэффициентов, введенных в память анализатора. Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если идентификационные данные, отображающиеся на дисплее, соответствует указанным в Описании типа (приложение к Свидетельству от утверждения типа)

6.2.3 Анализатор считается выдержавшим опробование, если цикл заканчивается отображением логотипа предприятия-изготовителя и входом в главное меню.

6.3 Проверка герметичности газовой трубки

6.3.1 Закрывать заглушками оба входных штуцера анализатора.

6.3.2 С помощью трубки соединить выходной штуцер через тройник с резиновой грушей и мановакууметром.

6.3.3 Резиновой грушей создать в воздушном тракте анализатора разрежение около 1500 Па, затем с помощью зажима пережать трубку между тройником и грушей, включить секундомер и через 5 минут зафиксировать изменение показаний мановакууметра.

Изменение разрежения в системе не должно быть больше 500 Па.

6.4 Проверка объемного расхода газа

6.4.1. Подключить к выходному штуцеру анализатора измеритель объема газа. выбрать в меню пункт «Настройки»-«Прокачка»-«Скорость». Зафиксировать значение на измерителе объема газа и нажать кнопку «Пуск». При этом, запустится компрессор, а на дисплее прибора будет отображаться секундомер. При повторном нажатии кнопки «Пуск» компрессор будет остановлен и на дисплее будет зафиксировано время работы компрессора с точностью до миллисекунд. Объем прокачанного за это время газа регистрируется измерителем объема.

6.4.2 Рассчитывают объемный расход газа Q_v через газовый тракт по формуле:

$$Q_v = \frac{Q_{изм}}{T_v}, \text{ дм}^3 / \text{мин}$$

где $Q_{изм}$ – измеренный объем газа, дм³;

T_v – время измерений, мин.

6.4.3 Производят не менее трех измерений.

6.4.4 Прибор считается выдержавшим испытания, если полученные значения объемного расхода газа соответствуют значению $1,00 \pm 0,01$ дм³/мин.

6.5 Проверка времени установления рабочего режима анализатора

6.5.1. Включают анализатор и фиксируют время включения.

6.5.2 Через 5 минут производят определение содержания ртути в газовой смеси в диапазоне 0,0005 – 0,0015 мкг в пробе.

6.5.3 Прибор считается выдержавшим испытания, если через 10 минут после включения значение основной относительной погрешности не превышает 25 %.

6.6 Определение относительной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации ртути в газовой смеси

6.6.1 Проверку относительной погрешности анализаторов проводят с помощью источников микропотоков паров ИМ-Hg 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 газ-носителя (в диапазоне от 2 до 10 дм³/мин) выбирают таким образом, чтобы по возможности охватить весь диапазон измерений.

6.6.2 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.

6.6.3 Каждую ПГС подают на вход анализатора и регистрируют $n = 5$ раз значение массовой концентрации паров ртути в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.6.4 Рассчитывают действительное значение массовой концентрации паров ртути $C_{\text{Hgд}}$, нг/м³

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

где P – производительность ИМ-Hg, нг/мин;

Q – расход газа-носителя, дм³/мин;

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

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

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

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

Результаты проверки считают положительными, если для всех ПГС относительная погрешность измерений не превышает $\pm 25\%$.

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 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (во избежание повреждения знака поверки).

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
АНАЛИЗАТОРА РТУТИ В ПРИРОДНОМ ГАЗЕ АРПГ-1

Заводской номер _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
относительная влажность _____ %;
атмосферное давление _____ кПа.

Средства поверки: _____

Результаты поверки.

1 Внешний вид _____
(соответствует, не соответствует)

2 Опробование _____
(соответствует, не соответствует)

3 Подтверждение соответствия ПО

Наименование и версия ПО _____
(соответствует, не соответствует)

4. Определение метрологических характеристик:

3.1 Герметичность газовоздушного тракта:

- изменение разрежения за 5 минут _____ Па

3.2 Объемный расход воздуха _____ дм³/мин

3.3 Время установления рабочего режима комплекса _____ мин

3.4. Определение относительной погрешности в рабочем диапазоне измерений:

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

Поверитель: _____