ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализатор газортутный переносной АГП-01

Методика поверки

МИ1660-87

Свердловск

1987

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Всесоюзный научно-исследовательский институт разведочной геофизики Казахский филиал, г.Алма-Ата

ИСПОЛНИТЕЛИ Политиков М.И. (руководитель темы), Фибих В.Р., Жеребцов Ю.Д., Коржавина Л.Н., Николаева Л.Ф.

РАЗРАБОТАНЫ Свердловский филиал Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии им.Д.И.Менделеева

ИСПОЛНИТЕЛИ Носова И.П. (руководитель темы), Свиридова Л.В.

СОГЛАСОВАНО НПО "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева" "02" апреля 1987 г

Методические указания

МИ 1660-87

Анализатор газортутный переносной АГП-01

Методы и средства поверки

Настоящие методические указания распространяются на анализатор газортутный переносной АГП-01, предназначенный для определения массовой доли ртути в почвенном и атмосферном воздухе и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок. Поверка производится с помощью стандартных образцов массовой доли ртути (комплект РТ1-РТ4) ТУ 41-08-3589-87 , в дальнейшем СО.

Периодичность государственной поверки один раз в год.

1. Операции и средства поверки

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в табл.1.1., и применены средства поверки с характеристиками, указанными в табл. 1.2.

1.2. Расчетные данные массы ртути, содержащейся в газовой смеси при возгонке из порошка СО, представлены в табл.1.3.

2. Требования к квалификации поверителей

2.1. К проведению измерений по поверке и обработке результатов измерений допускаются лица, изучившие технические описания и инструкции по эксплуатации поверяемого анализатора и аппаратуры, используемой для поверки, и имеющие опыт поверки приборов.

Таблица I.I

Перечень операций поверки АГП-01

НАИМЕНОВАНИЕ ОПЕРАЦИЙ	Номер пункта методических указаний	Обязательность проведения операций при:	
		выпуске из производства	выпуске после ремонта эксплуатации и хранении
I. Внешний осмотр	5.I	да	да
2. Проверка комплектности анализатора	5.2	да	да
3. Проверка герметичности газовоздушного тракта	5.3	да	да
4. Проверка объема пробы воздуха	5.4	да	да
5. Опробование анализатора	5.5	да	да
6. Определение метрологических характеристик анализатора	5.6		
6.I. Определение систематической составляющей погрешности	5.6.I	да	да
6.2. Определение случайной составляющей погрешности	5.6.2	да	да

таблица I.2

Перечень средств измерений и вспомогательных устройств, применяемых при поверке АПП-01

Номер пункта методических указаний	Наименование образцового средства измерений или вспомогательного средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и основные технические характеристики
5.3	I. Счетчик газовый барабанный (с жидкостным затвором) типа ГСБ-400 ТУ 425-04-2261-75, класс точности I.0; объем измерительной камеры 5 $дм^3$ 2. Трубка медицинская силиконовая, тип - для переливания крови 5 х I.5; ТУ 38I 06I52-77 3. Секундомер типа СI-2а; ГОСТ 5072-79, емкость шкалы 60 сек, класс точности 3.0
5.4	I. Жидкостный мановакуумметр на 600 мм вод.ст.; ГОСТ 9933-75 2. Трубка медицинская силиконовая, тип - для переливания крови 5 х I.5; ТУ 38I 06I52-77
5.6	I. Стандартные образцы массовой доли ртути (комплект РТI-РТ4) ТУ 4I-08-3589-87 2. Устройство возгонки ртути УВ-I; ТУ 4I-08-030-85 3. Хромель-алюминиевая термопара, диапазон температур I00-I000°С 4. Вольтметр цифровой В7-I0 5. Весы аналитические ВЛР-200

Примечание: Образцовые и вспомогательные средства измерений должны иметь свидетельства о поверке установленного образца

таблица I.3

Расчетная масса ртути, образующаяся при возгонке порошка CO

Массовая доля ртути в порошке CO, % C_{CO}	Анализируемая навеска CO, мг M_{CO}	Расчетная масса ртути в газовой смеси, мг $C_{нд}$
$3 \cdot 10^{-6}$	50	$1.5 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-5}$	50	$5.0 \cdot 10^{-6}$
$3 \cdot 10^{-5}$	50	$1.5 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	50	$5.0 \cdot 10^{-5}$

Примечание: Масса ртути, образующаяся при возгонке порошка CO определяется по формуле:

$$C_{нд} = \frac{C_{CO} \cdot M_{CO}}{100\%}$$

где $C_{нд}$ – масса ртути в газовой смеси, мг

C_{CO} – массовая доля ртути в порошке CO, %

M_{CO} – навеска порошка CO, взятая для возгонки, мг

3. Требования безопасности

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

1) к работам по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие обучение и проверку знаний по технике безопасности и эксплуатации оборудования, используемого при поверке;

2) градуировку и поверку анализатора АГП-01 производить в специальном шкафу, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией.

4. Условия поверки и подготовки к ней

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	(20 ± 5)
относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80
атмосферное давление, гПа	от 84 до 106

4.2. Поверка анализатора АГП-01 должна производиться в специальном помещении - лаборатории.

4.3. Лица, проводящие поверку, должны быть обеспечены спецодеждой - халатами.

4.4. Воздух в помещении (лаборатории), где проводится поверка, должен быть чистым, то есть не должен содержать пыли, паров щелочей, кислот и т.д.

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

1) помещение должно быть тщательно проветрено

2) оборудование, используемое при поверке, должно быть расположено таким образом, чтобы обеспечить удобство проведения измерений при поверке

4.6.I. Провести осмотр и очистку УВ-I согласно п.8.2 паспорта АХЖ 2.983.000 ПС.

4.6.2. Определить массу порции ртути СО, загружаемую в нагреватель. Для этого провести 5 взвешиваний массы СО, набираемой в нагреватель, и вычислить среднее значение массы одной навески М по формуле:

$$M = \frac{\Sigma M_i}{5}$$

где M_i единичное измерение массы навески.

Определить относительный размах R массы одной навески по формуле:

$$R = \frac{M_{max} - M_{min}}{M} \cdot 100\%$$

где M_{max} и M_{min} максимальное и минимальное значение навески.

Значение R не должно превышать I0% для пяти измерений. Если значение размаха превышает указанное, определение М следует повторить.

4.7. Определить рабочую температуру нагревателя дозатора, время выхода на режим устройства возгонки и время возгонки ртути. Для этого подсоединить термопару к милливольтметру, поместить ее внутрь нагревателя устройства возгонки с набранной навеской СО и одновременно с пуском устройства возгонки включить секундомер. Контролируя изменение напряжения на милливольтметре, зафиксировать по секундомеру момент времени, когда напряжение на милливольтметре будет соответствовать температуре нагревателя равной $(700 \pm 100)^{\circ}C$ Температуру определять по градуировочному графику термопары. Не выключая секундомер отметить время, в течение которого рабочая температура остается в пределах, указанных выше.

4.7.I. Величина рабочей температуры не должна превышать $(700 \pm 100)^{\circ}C$. Время выхода на режим устройства возгонки не более I0 секунд. Время возгонки ртути не более 40 секунд.

5. Проведение поверки

5.I. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие анализатора АГП-0I следующим требованиям:

I) окраска корпуса анализатора должна быть равномерной без пропусков, подтеков и отслоений

2) на металлических частях должны отсутствовать трещины, вмятины, коррозии и др. дефекты

3) соединительные шланги не должны иметь повреждений

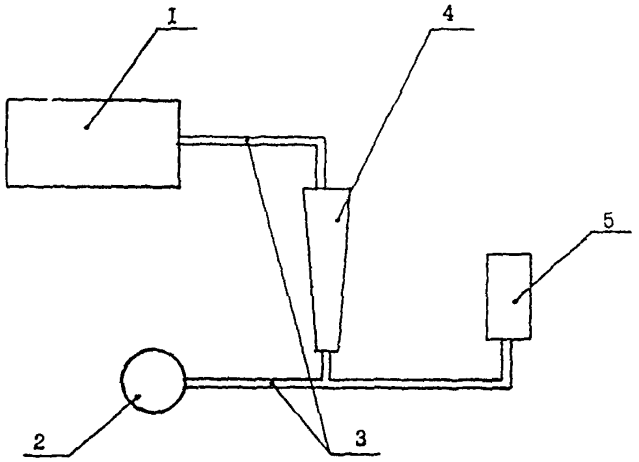
4) в период эксплуатации, при выпуске после ремонта и проведению поверки не допускаются приборы, имеющие дефекты по пунктам 2), 3), препятствующие эксплуатации прибора.

5.2. Проверка комплектности анализатора АГП-0I

При проведении проверки комплектности анализатора устанавливается соответствие его состава требованиям технической документации.

5.3. Проверка герметичности газовоздушного тракта

При проверке анализатора на герметичность производят подключение жидкостного манометра с зондом и блоком анализа и индикации в соответствии с нижеприведенным рис.I. В блоке анализа и индикации анализатора зажимом пережимают патрубок, соединяющий ротаметр с микронасосом. Создают разрежение в системе до (I50 $\pm$ 50) мм вод.ст. резиновой грушей. При зажиме соединительного шланга между манометром и зондом включают секундомер. Наблюдают изменение разрежения через 5 мин. Результат проверки считать положительным, если изменение давления в системе не превышает 50 мм вод.ст.



I - анализатор;

2 - резиновая груша;

3 - соединительные трубки;

4 - воздухосборник;

5 - мановакуумметр.

рис. I

5.4. Проверка объема пробы воздуха

При проверке объема анализируемой пробы воздуха к входу блока анализа и индикации подключают газовый барабанный счетчик типа ГСБ-400. Устанавливают переключатель ОБЪЕМ, расположенный на лицевой панели анализатора АГП-01: последовательно в положения 0,5; I.0; 5.0; I0,0 л. При каждом из указанных положений производят пуск анализатора путем кратковременного нажатия кнопки ПУСК, одновременно с отпусканием кнопки ПУСК включают секундомер. Снимают показания газосчетчика по истечении соответственно 0,5; I,0; 5,0; I0,0 мин

Результат проверки считать положительным, если значения объема пробы воздуха, прошедшего через газосчетчик, будут соответствовать требованиям ТО и ИЭ.

5.5. Опробование анализатора

При опробовании АГП-01 устанавливается:

I) наличие и чистота фильтра Петрянова

2) начальные показания

3) контрольное число анализатора

Результат опробования анализатора считать удовлетворительным, если установлена работоспособность средства измерения и соответствие его требованиям технического описания (ТО) и инструкции по эксплуатации (ИЭ).

5.6. определение метрологических характеристик анализатора

При определении метрологических характеристик АГП-01 используют стандартные образцы массовой доли ртути в комплексе с устройством для их возгонки. Подготовка к использованию устройства возгонки, а также само измерение массы ртути, содержащейся в газовой смеси, при возгонке СО производится согласно приложения I.

5.6.I. При определении систематической составляющей погрешности анализатора производят измерение массы ртути в газовой смеси при возгонке СО следующих числовых значений: $3 \cdot 10^{-6}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$. Измерение проводят не менее 5 раз для каждой концентрации СО. Вычисляют систематическую составляющую погрешности ($\tilde{\Delta} c$) анализатора для каждого полученного i -го измерения составляющей концентрации СО по формуле:

$$\tilde{\Delta} c_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \Delta i_j \qquad (5.1)$$

$$\Delta i_j = \frac{A i_j - A n_j}{A n_j} \, 100\% \qquad (5.2)$$

где Δi - -я реализация погрешности анализатора для каждой концентрации СО

$A i_j$ - единичное показание анализатора, мг;

n - число измерений для данной концентрации СО;

j - числовое значение массовой доли ртути в СО, % $30 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-5}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$;

$A n_j$ - расчетная масса ртути в газовой смеси для каждого СО при его возгонке (в соответствии с табл. I.3)

Результат поверки считать положительным, если оценка $\tilde{\Delta} c_j$ в каждой контролируемой точке диапазона измерений не превышает предела допускаемого значения систематической составляющей погрешности ($\Delta c_д$), указанного в НТД на анализатор.

5.6.2. Приопределении случайной составляющей погрешности σ (Δ_j) анализатора используют результаты из-

мерений п.5.6.I. Оценку среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности проводят по формуле:

$$\sigma(\mathring{\Delta}) = \frac{\sqrt{\dfrac{\sum_{i=1}^{n}(A_{nj} - \bar{A}_j)^2}{n}}}{A_{nj}} \cdot 100\% \qquad (5.3)$$

где $\bar{A}_j = \frac{1}{n}\sum_{i=1} A_{ij}$

Результат поверки считать положительным, если оценка в каждой контролируемой точке диапазона измерений анализатора не превышает предела допускаемого значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности $\sigma(\mathring{\Delta})$, указанного в НТД на анализатор.

6. Оформление результата поверки

6.I. Результаты поверки анализатора вносят в протокол. Рекомендуемая форма протокола дана в приложении 2.

6.2. При положительном результате поверки анализатор подвергают клеймению и в формуляр прибора АХЖ 2.840.000 ФО вносят заключение о государственной поверке.

6.3. Анализатор АГП-0I, не удовлетворяющий предъявляемым требованиям, к применению не допускают и на него выдают извещение о непригодности.

Форма извещения о непригодности дана в приложении 3

Приложение I

I. Подготовка к работе

I.I. Произвести подготовку к работе устройства возгонки (УВ-I) в соответствии с требованиями паспорта АХЖ 2.983.000 ПС

I.2. Подготовить к измерению анализатор согласно инструкции по эксплуатации АХЖ 2.840.000 ТО, установив переключатель ОБЪЕМ в положение "I л" и соединив с помощью шланга вход блока анализа и индикации с выходом устройства возгонки ртути.

I.3. Определить фон газовых трактов устройства возгонки и анализатора. Для этого произвести измерение массы ртути в воздухе, поступившей в анализатор из устройства возгонки, при отсутствии в последнем СО.

Измерения повторять до установления устойчивых минимальных начальных показаний анализатора.

Среднее значение результатов измерений не должно превышать $5 \cdot 10^{-6}$ мг.

2. Порядок работы

2.I. Определение метрологических характеристик анализатора АГП-0I с использованием устройства возгонки и СО производить после установления фона газовых трактов устройства возгонки и анализатора.

2.2. для измерения массы ртути в порошке СО необходимо набрать порцию СО с заданной массовой долей ртути в нагреватель (дозатор) устройства возгонки. Установить переключатель ОБЪЕМ анализатора в положение "I л". Произаести пуск устройства возгонки и одновременно, кратковременным нажатием кнопки ПУСК анализатора, произвести измерение массовой доли ртути в газовой смеси, поступившей в анализатор из устройства возгонки.

2.3. По окончании измерения необходимо очистить нагреватель (дозатор) от оставшегося порошка.

2.4. Измерение массы ртути необходимо начинать с порошка СО, имеющего наименьшее значение массовой доли ртути.

Приложение 2

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование _____
(поверяемого СИ)

Заводской № _____

Изготовленного _____
(наименование предприятия-изготовителя)

Принадлежащего _____
(наименование предприятия)

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

I. Внешний вид _____
(удовлетворительный, неудовлетворительный)

2. Комплектность прибора _____
(соответствует, не соответствует)
требованиям технического описания и инструкции по эксплуатации

3. Герметичность системы _____
(удовлетворительная, неудовлетворительная)
изменение давления составляет _____ мм вод.ст.

4. Опробование анализатора

4.I. Фильтр Петрянова _____
(чистый, грязный)

4.2. Начальные показания _____
(соответствуют, не соответствуют)

4.3. Контрольное число _____
(соответствует, не соответствует)
требованиям ТО и ИЭ анализатора

5. Объем пробы воздуха _____
(соответствует, не соответствует)
требованиям ТО. Результаты измерений представлены в табл.П.4.I

Таблица П.4.2

Определение метрологических характеристик анализатора АПП-01

зав. № _____

Массовая доля ртути в СО, %	Показания анализатора АПП-01, мг					Среднее значен. измерений А	Расчетная масса ртути при возгонке СО, мг
	A_1	A_2	A_3	A_4	A_5		

Исполнители Ф.И.О.

Должность Подпись

Таблица П.4.I

Определение объема пробы воздуха анализатора АГП-0I

зав. № _____

Положение переключателя ОБЪЕМ, л	Показания газосчетчика, л/мин			
	0.5	I.0	5.0	I0.0
0.5				
I.0				
5.0				
I0.0				

Исполнители Ф.И.О.

Должность

6. Определение метрологических характеристик анализатора

Результаты определения метрологических характеристик представлены в табл.П.4.2 и П.4.3

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализатор АТП-01 _____
(соответствует, не соответствует)

предъявляемым требованиям ТО и ИЭ.

Прибор _____ к эксплуатации
(годен, не годен)

Срок годности установлен до _____

Подпись поверителя

Дата

Таблица П.4.3

Определение метрологических характеристик анализатора АГП-01, зав № ----------

Массовая доля ртути в ОО, %	Систематическая составляющая погрешности	Случайная составляющая погрешности

Приложение 3

_____
учреждение

_____
лаборатория, отдел, группа

ИЗВЕЩЕНИЕ № ____

о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации

"___" _____ 19 г.

Представленное в поверку средство измерения _____
наименование,

_____ зав.№ _____
тип

принадлежащее _____
название предприятия

проверено и признано непригодным к эксплуатации _____
причина

_____
непригодности

_____

_____

_____

_____

Нечальник лаборатории

М.П.

gost.e-ecolog.ru

Поверитель