

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»

Handwritten signature of A.I. Krylov in blue ink.

А.И. Крылов

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

Handwritten signature of I.B. Maksakova in blue ink.

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/м<sup>3</sup>.

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 <sup>0</sup> С до +50 <sup>0</sup> 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 дм<sup>3</sup>/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  $K_\phi$ , %, по формуле:

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

где

$\bar{C}_{изм}$  - значение массовой концентрации ртути в ПГС нг/м<sup>3</sup>;

$C_\phi$  - значение массовой концентрации ртути в ПГС после сорбционного фильтра, нг/м<sup>3</sup>.


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<sup>3</sup>). 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/м<sup>3</sup>, для исполнения 2 - 10 нг/м<sup>3</sup>.

## 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 дм<sup>3</sup>/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, указанно-го в эксплуатационной документации на источники микропотоков.

Выбирают не менее трех точек в диапазоне измерений (например, 10, 1500 и 20000 нг/м<sup>3</sup>) 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/м<sup>3</sup> 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/м<sup>3</sup>

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

где  $П$  - производительность ИМ-Нг, нг/мин;

$Q$  - расход газа-носителя, дм<sup>3</sup>/мин;

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

Для каждого измерения ( $i$  - номер измерения), проведенного с определенной ПГС, вычисляют относительное отклонение ( $\delta_i$ , %) измеренного значения  $C_{Hg,i}$ , нг/м<sup>3</sup> от действительного:

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

За относительную погрешность анализатора ( $\delta$ , %) для данной ПГС принимают наибольшее по величине значение  $\delta_i$ .

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 <sup>3</sup>	Значение, полученное при поверке, нг/м <sup>3</sup>	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: \_\_\_\_\_